

Métrologie à très haute température (1300-2500°C) en pyroréfectométrie pour des applications nucléaires

Metrology at very high temperature (1300-2500°C) in pyroreflectometry for nuclear applications

Benjamin TURQUAIS^{1,3,*}, Jean-Louis SANS², Laurent DAVOUST³, Jules DELACROIX¹, Christophe JOURNEAU¹, Pascal PILUSO¹, Nourdine CHIKHI⁴

¹ CEA, DES, IRESNE, DTN, Cadarache F-13108 Saint-Paul-Lez-Durance, France

² Laboratoire PROMES-CNRS, 7 rue du four solaire, 66120 Font-Romeu Odeillo (France)

³ Grenoble-INP/Université Grenoble Alpes /CNRS, Laboratoire SIMaP, EPM Group, 38402 Saint Martin d'Hères, France

⁴ CEA, DES, IRESNE, DEC, Cadarache F-13108 Saint-Paul-Lez-Durance, France

*(auteur correspondant : benjamin.turquais2@cea.fr)

Résumé

Les incertitudes sur les mesures à très haute température ($T > 2000^\circ\text{C}$) par pyroréfectométrie sont dépendantes de nombreux paramètres. L'évaluation de ces paramètres a été faite en fonction de la température et de la réflectivité. L'étude a montré que les signaux en réflectivité obtenus à l'étalonnage et lors des mesures ont un rôle prépondérant sur l'incertitude totale. L'émissivité de la cavité des cellules eutectiques utilisées pour l'étalonnage est un des paramètres prépondérants pour des matériaux à faible réflectivité. Cela conduit à une incertitude totale de l'ordre de 1 à 2% en pyroréfectométrie alors que l'incertitude est plutôt de l'ordre de 10% avec l'approche plus classique de la pyrométrie bichromatique.

Mots-clés : Métrologie, très haute température, incertitude, pyroréfectométrie, nucléaire

Abstract

Uncertainties on the measurements of very high temperature ($T > 2000^\circ\text{C}$) by pyroreflectometry depends on several parameters. The estimation of these parameters has been done regarding the temperature and the reflectivity. The study has shown that the reflectivities signals (calibration and measurement) have a major role on the total uncertainty. The calibration is performed with eutectic cells. The emissivity of their cavity is one of the major parameters for low reflectivity materials. This leads to a total uncertainty as small as 1 to 2% in pyroreflectometry, to be compared to about 10% with a more usual approach based on bichromatic pyrometry.

Keywords: Metrology; very high temperature; uncertainty; pyroreflectometry; nuclear.

Nomenclature (11 points, 2 colonnes)

T	température, K	<i>Indices et exposants</i>	
S	signal, V	i	étalonnage
u	incertitude	c	pyromètre bichromatique
K	coefficient de réflectivité	et	étalon
		$ech-et$	échantillon étalon
<i>Symboles grecs</i>		ech	échantillon
ε	émissivité de la cavité	abs	absolu
τ	transmission hublot	*	pyroréfectomètre
ρ	réflectivité, sr^{-1}	R	signal réfléchi
λ	longueur d'onde, m	PD	photodiode

1. Introduction

Les mesures de très hautes températures ($T > 2000$ °C) sont aujourd'hui indispensables pour des applications industrielles ou de recherche. On les retrouve notamment dans le contexte de recherche sur les accidents graves dans les réacteurs nucléaires [1] et sur l'étude des matériaux à très hautes températures [2]. En effet, une meilleure connaissance des accidents graves passe par des mesures de propriétés thermophysiques (densité, tension de surface, viscosité) sur les matériaux constitutifs (acier, corium) des réacteurs nucléaires en situation d'accidents graves [3]. Or ces propriétés peuvent être fortement dépendantes de la température. Une incertitude élevée sur la mesure de la température peut donc se répercuter directement sur les mesures des propriétés thermophysiques. Une bonne connaissance des méthodes dédiées aux mesures des très hautes températures est donc indispensable ainsi qu'une évaluation des incertitudes de mesures de température. L'optimisation des mesures de température permet donc de réduire les incertitudes et d'améliorer la qualité et la fiabilité des mesures de température et des propriétés thermophysiques.

Dans cet article, la méthode de l'estimation de la température en pyrométrie optique est tout d'abord explicitée, puis une amélioration de cette méthode, la pyrorélectométrie bichromatique, est détaillée. Dans un second temps, une évaluation des incertitudes sur les mesures de température est proposée par l'évaluation de chacune des sources d'incertitudes. Par la suite et dans le but de réduire les incertitudes, l'optimisation de l'étalonnage en température puis l'évaluation des termes prépondérants sur le calcul de l'incertitude totale sont présentées. Enfin, une comparaison des calculs d'incertitude en pyrométrie et en pyrorélectométrie est proposée en dernière partie.

2. Méthode de mesure des hautes températures

2.1. Rayonnement et pyrométrie

En pyrométrie, la mesure des hautes températures est basée sur la mesure du rayonnement des matériaux. Elle est décrite par une grandeur appelée la luminance spectrale L_λ en $W \cdot m^{-3} \cdot sr^{-1}$ et qui s'exprime pour un matériau réel à partir de la loi de Planck, en fonction de l'émissivité monochromatique ϵ_λ , la température monochromatique T_λ et la longueur d'onde λ . La difficulté des mesures de température par pyrométrie est due à la méconnaissance de l'émissivité monochromatique ϵ_λ dont l'estimation repose sur des hypothèses.

La pyrométrie monochromatique permet la détermination d'une température monochromatique, notée T_λ , et repose sur l'hypothèse que l'émissivité monochromatique vaut un. Si l'émissivité monochromatique ϵ_λ est connue, la température réelle T peut être déterminée à partir de l'équation (1) où $C_2 = 0,014388 m \cdot K$ est la deuxième constante de Planck.

$$\frac{1}{T} = \frac{1}{T_\lambda} + \frac{\lambda}{C_2} \ln \epsilon_\lambda. \quad (1)$$

La pyrométrie bichromatique permet la détermination d'une température bichromatique, notée T_c , et repose sur l'hypothèse que l'émissivité monochromatique est égale aux deux longueurs d'onde de mesure. Cependant, si l'émissivité monochromatique est connue pour les deux longueurs d'onde λ_1 et λ_2 , alors la température réelle T peut être déterminée à partir de l'équation (2) :

$$\left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_c}\right) \left(\frac{1}{\lambda_1} - \frac{1}{\lambda_2}\right) = \frac{1}{C_2} \ln \left(\frac{\epsilon_{\lambda_1}}{\epsilon_{\lambda_2}}\right). \quad (2)$$

Si les émissivités sont mal connues, cette méthode conduit à de grandes incertitudes pour des matériaux tels que des métaux pour lesquels les émissivités peuvent varier significativement avec la longueur d'onde.

L'approximation de Wien sur la loi de Planck, valide sur la gamme de température considérée, est utilisée dans cet article pour déterminer les températures monochromatiques T_λ et bichromatique T_c en pyrométrie uniquement (paragraphe 2.1).

2.2. Pyroréflexométrie

Pour pallier la limitation des mesures par pyrométrie bichromatique, une technique dite de pyroréflexométrie [4] est mise en place dans le but de réduire les incertitudes de mesure. Pour cela un prototype a été construit au laboratoire PROMES-CNRS.

La pyroréflexométrie consiste à déterminer deux températures monochromatiques T_{λ_1} et T_{λ_2} et deux réflectivités monochromatiques bidirectionnelles $\rho_{\lambda_1}^{\theta_i, \theta_r}$ et $\rho_{\lambda_2}^{\theta_i, \theta_r}$ aux deux longueurs d'onde λ_1 et λ_2 . Ces quatre grandeurs permettent de déterminer une température, appelée température de convergence et notée T^* .

Les réflectivités mesurées par le pyroréflexomètre sont des réflectivités monochromatiques et bidirectionnelles $\rho_\lambda^{\theta_i, \theta_r}$, définies par la réflexion sur une surface donnée d'un rayon provenant de la direction θ_i dans une seule direction θ_r . Afin d'appliquer les lois de Kirchhoff, la réflectivité monochromatique, directionnelle, hémisphérique $\rho_\lambda^{\theta_i, \Omega}$ est définie [4] via un facteur de diffusion, noté η :

$$\eta(T, \lambda) = \frac{\rho_\lambda^{\theta_i, \Omega}}{\rho_\lambda^{\theta_i, \theta_r}}. \quad (3)$$

L'hypothèse majeure de la pyroréflexométrie est faite sur le facteur de diffusion η qui est supposé être indépendant de la longueur d'onde, soit $\eta(T, \lambda) = \eta(T)$. Cette hypothèse revient à faire une homothétie sur les fonctions de distribution des réflectivités bidirectionnelles, alors que la pyrométrie bichromatique considère une égalité stricte de ces fonctions de distribution.

La détermination de la température monochromatique T_λ et de la réflectivité bidirectionnelle ρ_λ aux deux longueurs d'onde du pyroréflexomètre permettent d'obtenir deux équations avec deux inconnues : la température de convergence T^* et le facteur de diffusion η , commun pour les deux longueurs d'onde.

$$\frac{1}{T^*} = \frac{1}{T_\lambda} + \frac{\lambda}{C_2} \ln \left(1 - \eta \rho_\lambda^{\theta_i, \theta_r} \right). \quad (4)$$

Un processus itératif sur le facteur de diffusion η permet de déterminer la température de convergence T^* , supposée proche de la température réelle de la surface considérée.

3. Évaluation des incertitudes

L'évaluation des incertitudes sur la température bichromatique T_c et sur la température pyroréflexométrique T^* passe par l'identification et l'évaluation des différentes sources d'incertitudes, calculées selon la méthode suivante. L'incertitude u_Y sur la grandeur Y , qui dépend des paramètres y_j d'incertitudes u_{y_j} , avec j le nombre de paramètres, s'exprime à l'aide d'une somme quadratique [5] définie dans l'équation (5) :

$$u_Y^2 = \sum_j \left(\frac{\partial Y}{\partial y_j} \right)^2 u_{y_j}^2. \quad (5)$$

Dans cet article, la méthode de calcul sera explicitée sous la forme de diagrammes, identiques à ceux de la figure 1 :

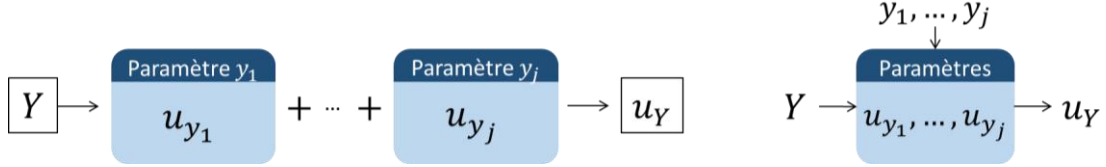


Figure 1 : Diagramme-type de calcul des incertitudes (détaillé à gauche et condensé à droite).

3.1. Pour le pyromètre bichromatique

L'incertitude u_{T_c} sur la température bichromatique T_c donnée par un pyromètre bichromatique est fonction de l'incertitude donnée par le constructeur à laquelle il faut ajouter un terme dû à l'incertitude sur l'émissivité du matériau ainsi que l'incertitude sur la transmission d'éventuels hublots, pour les deux longueurs d'onde du pyromètre. La méthode de calcul de l'incertitude est décrite dans le diagramme de la figure 2 :



Figure 2 : Incertitude sur la température bichromatique T_c du pyromètre.

3.2. Pour le pyrорélectomètre

3.2.1. Bilan final d'incertitude

Le bilan final d'incertitude sur la température de convergence est fonction de l'incertitude sur la température monochromatique T_λ (voir figure 4), sur la réflectivité ρ_λ (voir figure 5) et sur la longueur d'onde λ . La méthode est décrite dans le diagramme de la figure 3 :

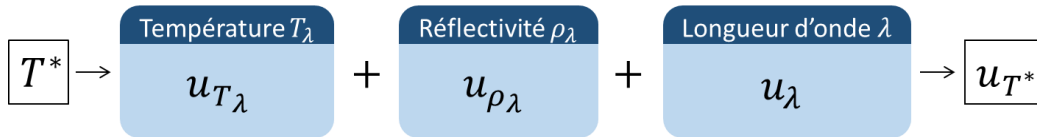


Figure 3 : Incertitude sur la température de convergence T^* du pyrорélectomètre.

3.2.2. Sur les températures monochromatiques

L'étalonnage des températures monochromatiques T_λ se fait à partir de l'équation de Sakuma-Hattori [6] et des trois coefficients $k_1(\lambda)$, $k_2(\lambda)$ et $k_3(\lambda)$ déterminés pour les deux longueurs d'onde du pyrорélectomètre à partir des points d'étalonnage $[S_i, T_i]$. L'étalonnage peut être réalisé par exemple avec des cellules eutectiques [7, 8].

$$S_i(T_i, \lambda) = \frac{k_1(\lambda)}{\exp\left(\frac{C_2}{k_2(\lambda)T_i + k_3(\lambda)}\right) + 1} \quad (6)$$

L'incertitude sur l'étalonnage dépend donc à la fois de l'incertitude u_{S_i} sur la mesure du signal lors de l'étalonnage et de l'incertitude u_{T_i} sur la température des points d'étalonnage, et s'exprime selon l'équation (7) :

$$u_{\text{etalonnage}}^2(T) = \left[\sum_{i=1}^m \left(\frac{\partial S(T)}{\partial T_i} u_{T_i} \right)^2 + \sum_{i=1}^m \left(\frac{\partial S(T)}{\partial S_i} u_{S_i} \right)^2 \right] \left(\frac{\partial S(T)}{\partial T} \right)^{-2}, \quad (7)$$

avec m le nombre de points d'étalonnage, $\frac{\partial S(T)}{\partial T_i}$ le coefficient de sensibilité sur la température, et $\frac{\partial S(T)}{\partial S_i}$, le coefficient de sensibilité sur le signal mesuré.

La détermination des coefficients de sensibilité est développée dans l'article de Saunders [9]. Cette méthode d'évaluation des incertitudes permet de prendre en compte les termes corrélés entre tous les points d'étalonnage.

L'interpolation entre les différents points d'étalonnage, due à l'écart entre le modèle et le comportement réel de l'appareil, conduit aussi à des incertitudes et s'exprime selon l'équation (8) pour une interpolation à partir de l'équation de Sakuma-Hattori avec trois paramètres [10] :

$$u_{\text{interpolation}}(T) = E \lambda^2 (T - T_1)(T - T_2)(T - T_3), \quad (8)$$

Avec T_1, T_2 et T_3 des températures réparties de façon équidistante sur la gamme d'étalonnage et E un coefficient, fonction de la longueur d'onde et de la température moyenne d'étalonnage $T_{\text{moy}} = \frac{1}{m} \sum_{i=1}^m T_i$, défini comme : $E = \frac{c_2^2}{12(\lambda T_{\text{moy}})^4} \left(1 - 1/\left(1 - \exp\left(-\frac{c_2}{\lambda T_{\text{moy}}} \right) \right)^2 \right)$.

La méthode de calcul de l'incertitude sur la température monochromatique du pyruréflectomètre est décrite dans le diagramme de la figure 4, avec S le signal d'émission thermique du matériau considéré, ϵ l'émissivité de la cavité des cellules eutectiques et τ la transmission d'éventuels hublots.

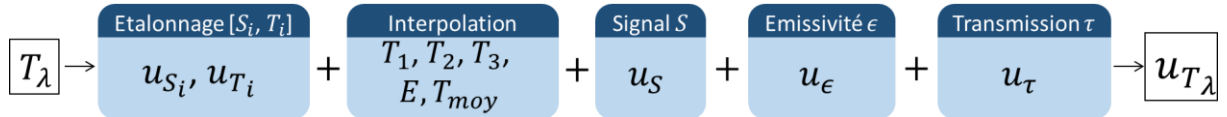


Figure 4 : Incertitude sur la température monochromatique T_λ du pyruréflectomètre.

3.2.3. Sur les réflectivités

La température de convergence T^* du pyruréflectomètre est obtenue par la correction des températures monochromatiques T_λ avec les réflectivités ρ_λ . L'incertitude sur la température de convergence est donc aussi fonction de l'incertitude sur les réflectivités u_{ρ_λ} , qui dépend de l'étalonnage en réflectivité et de la mesure de la réflectivité ρ_λ . L'étalonnage en réflectivité permet de définir un coefficient K selon l'équation (9) :

$$K = \frac{S^R}{\rho S^{PD}}. \quad (9)$$

L'étalonnage se déroule en trois étapes successives :

- Sur une surface étalon (S_{et}^R et S_{et}^{PD}) pour déterminer le coefficient K_{et} du pyruréflectomètre,
- Sur le matériau (S_{ech-et}^R et S_{ech-et}^{PD}) à la même distance que l'étalon pour déterminer, à partir du coefficient K_{et} , la réflectivité absolue à froid du matériau ρ_{abs} ,

- Sur le matériau (S_{ech}^R et S_{ech}^{PD}) dans les conditions expérimentales pour déterminer, à partir de la réflectivité absolue ρ_{abs} , le coefficient K_{ech} du pyroréfectomètre à froid.

La méthode de calcul de l'incertitude sur la mesure des réflectivités consiste en une succession d'additions d'incertitudes dépendantes les unes à la suite des autres. La méthode en quatre étapes est décrite dans le diagramme de la figure 5 :

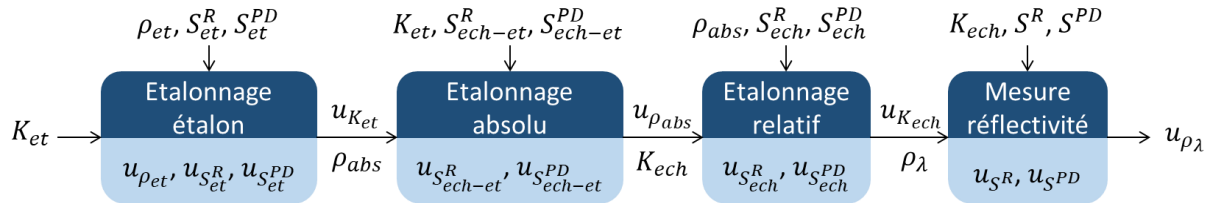


Figure 5 : Incertitude sur la mesure des réflectivités ρ_{λ} du pyroréfectomètre.

4. Résultats

La méthode d'évaluation des incertitudes de mesures de haute température par pyrométrie bichromatique et par pyrорéfectométrie est appliquée ici à des cas théoriques afin de déterminer les paramètres ayant la contribution la plus grande sur l'incertitude totale. Pour cela cinq points de températures ont été sélectionnés (1600 K, 1900 K, 2200 K, 2400 K, 2700 K) ainsi que trois réflectivités directionnelles pour les deux longueurs d'onde ($0,02 \text{ sr}^{-1}$, 1 sr^{-1} , 6 sr^{-1}). Les cinq températures permettent de balayer l'intégralité de la gamme d'étalonnage du pyrорéfectomètre. Les trois réflectivités ont été choisies pour correspondre à des matériaux de réflectivités faible, intermédiaire et élevée. Chacun des termes représentés dans les diagrammes des figures 3-5 est identifié et calculé.

Ces résultats ont été obtenus à partir d'un étalonnage optimisé et réalisé sur des cellules eutectiques fournies par le LCM (Laboratoire Commun de Métrologie LNE-Cnam). Ces cellules de qualité métrologique [7, 8] sont de composition Co-C (1597 K), Ru-C (2226 K) et Re-C (2747 K) et permettent de fixer l'incertitude des points d'étalonnages à 1K [7].

4.1. Incertitude sur la température pyrорéfectométrique T^*

L'incertitude totale (voir paragraphe 3.2.1) sur la température déterminée par le pyrорéfectomètre dépend des paramètres donnés dans les paragraphes 3.2.2 et 3.2.3. Le but de ce paragraphe est d'identifier les paramètres ayant un rôle prépondérant dans l'évaluation de l'incertitude totale. Les trois cas de réflectivités choisis sont étudiés séparément.

L'incertitude, déterminée expérimentalement, sur les signaux en réflectivités augmente avec la réflectivité, ce qui explique que l'incertitude totale sur la température est plus élevée dans le cas d'une réflectivité élevée. L'incertitude sur la température déterminée par pyrорéfectométrie augmente avec la température quelle que soit la réflectivité considérée. L'inflexion sur la figure 6 portant sur l'incertitude totale dans le cas d'une faible réflectivité s'explique par le terme d'étalonnage en température qui présente un maximum à 2200K résultant de la dépendance à la température des coefficients de sensibilité (voir équation (7)) et de la dépendance de l'équation de Sakuma-Hattori aux trois coefficients k_1 , k_2 et k_3 . L'impact du terme d'étalonnage en température est négligeable pour les deux autres cas de réflectivités.

Le terme dû à l'émissivité de la cavité des cellules eutectiques varie très peu selon le cas de réflectivité choisi. Son impact sur l'incertitude totale est donc significatif uniquement pour le cas de faible réflectivité (figure 6).

Les signaux associés à la mesure de réflectivités S^R et à l'étalonnage en réflectivité sur l'échantillon S_{ech}^R ont un impact significatif pour tous les cas de réflectivités, mais cet impact devient quasiment exclusif pour le cas de réflectivités élevées (figure 7 et figure 8).

L'incertitude sur la longueur d'onde est due à la largeur à mi-hauteur, égale à 50 nm, des filtres placés devant les détecteurs et contribue significativement à l'incertitude totale sur la température pyroréfectométrique et ne peut être réduite qu'en dégradant le rapport signal/bruit.

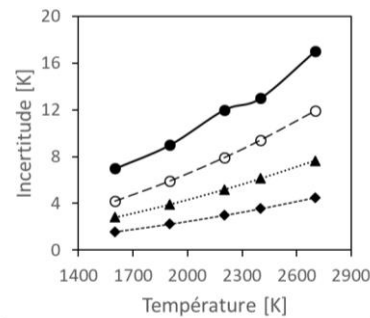


Figure 6 : Cas réflectivité faible $\rho = 0,02 \text{ sr}^{-1}$.

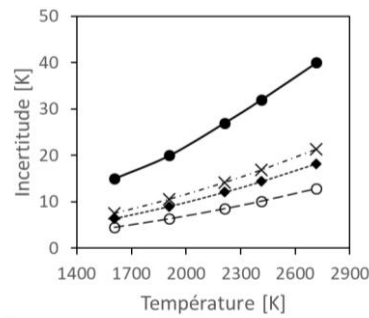


Figure 7 : Cas réflectivité intermédiaire $\rho = 1 \text{ sr}^{-1}$.

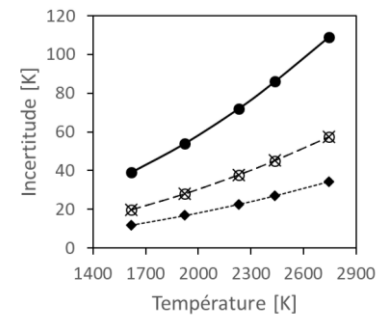


Figure 8 : Cas réflectivité élevée $\rho = 6 \text{ sr}^{-1}$.

4.2. Comparaison pyromètre – pyroréfectomètre

Dans cette partie, les incertitudes associées aux mesures de température par pyroréfectométrie (paragraphe 3.2.1) et par pyrométrie bichromatique (paragraphe 3.1) sont comparées. Les trois cas de réflectivités définis au paragraphe 4 sont considérés pour le calcul des incertitudes en pyroréfectométrie. Deux cas sont considérés pour la pyrométrie bichromatique en fonction de l'incertitude sur le ratio d'émissivités aux deux longueurs d'onde du pyromètre. Les incertitudes sur le ratio d'émissivités sont choisies pour un matériau dont l'émissivité est connue, $u(\epsilon) = 2\%$, et un matériau dont l'émissivité est très peu connue, $u(\epsilon) = 5\%$. L'incertitude sur le ratio de la transmission du hublot est fixée à 1%. L'incertitude donnée par le constructeur sur la température bichromatique T_c est de 1%. La comparaison de l'incertitude totale sur la température entre le pyroréfectomètre et le pyromètre bichromatique est donnée dans la figure 9.

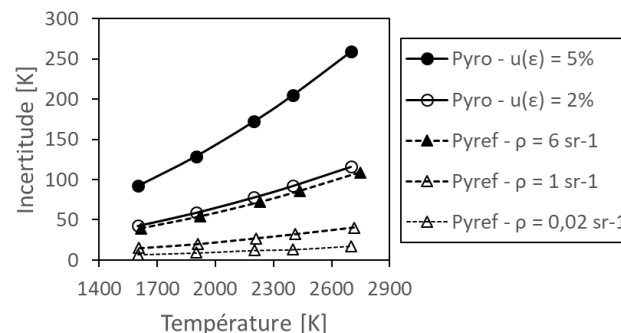


Figure 9 : Incertitude sur la température mesurée par pyrométrie bichromatique et par pyroréfectométrie.

L'incertitude sur la température donnée par le pyroréfectomètre reste systématiquement inférieure à celle obtenue en pyrométrie bichromatique. En effet, même dans le cas défavorable

d'une réflectivité élevée conduisant à des grandes incertitudes en pyroréfectométrie, l'incertitude totale reste inférieure à celle obtenue en pyrométrie bichromatique pour une incertitude de 2% sur le ratio d'émissivités. La mesure des réflectivités a donc permis d'obtenir des mesures à très haute température avec une incertitude inférieure aux méthodes pyrométriques classiques.

5. Conclusion

Dans cet article, une méthode d'évaluation des incertitudes de mesures par pyroréfectométrie à très haute température est proposée. La correction de la température par les réflectivités permet à la pyroréfectométrie d'optimiser les mesures à très haute température. L'incertitude totale associée à ces mesures de températures dépend donc de paramètres d'étalonnage identifiés à partir de mesures réalisées sur des cellules eutectiques. L'incertitude totale dépend essentiellement des signaux en réflectivités liés à l'étalonnage et aux mesures, en particulier pour des matériaux avec des réflectivités élevées. Pour des matériaux de réflectivités faibles, il est nécessaire de prendre en compte un terme lié à l'incertitude sur l'émissivité de la cavité des cellules eutectiques. Cette étude conduit à une évaluation de l'incertitude totale sur la mesure de température par pyroréfectométrie de l'ordre de 1 à 2%, alors qu'en pyrométrie bichromatique, l'incertitude est de l'ordre de 10%. L'émissivité n'a pas été estimée dans ce travail mais pourrait l'être à partir des mesures de réflectivités.

Références

- [1] C. Journeau et al., Upgrading the PLINIUS platform toward smarter prototypic-corium experimental R&D, *ATH20*, 2020.
- [2] L. Charpentier et al., The impact of oxidation on the optical properties of Si-SiC materials, *Ceramics International*, 46 (2020), 28536-28545.
- [3] I. Korobeinikov et al., Surface Tension and Density of Cr-Mn-Ni Steels with Transformation Induced Plasticity Effect, *steel research international*, 92 (2021), 2000260.
- [4] D. Hernandez et al., Experimental validation of a pyroreflectometric method to determine the true temperature on opaque surface without hampering reflections, *Measurement*, 42 (2009), 836-843.
- [5] BIPM, Evaluation des données de mesure - Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure, *JCGM*, 100 (2008).
- [6] F. Sakuma et al., Establishing a practical temperature standard by using a narrow-band radiation thermometer with a silicon detector. *Temperature, Its Measurement and Control in Science and Industry* (American Institute of Physics, New York) 5 (1982), 421-427.
- [7] M. Sadli et al., Collaboration Between UME and LNE-INM on Co-C Eutectic Fixed-Point Construction and Characterization, *International Journal of Thermophysics*, 30 (2009), 36-46.
- [8] M. Sadli et al., Construction and in-situ characterisation of high-temperature fixed point cells devoted to industrial applications, *EPJ Web of Conferences*, 77 (2014), 18.
- [9] P. Saunders, Propagation of uncertainty for non-linear calibration equations with an application in radiation thermometry, *Metrologia*, 40 (2003), 93-101.
- [10] P. Saunders et al., Interpolation errors for radiation thermometry, *Metrologia*, 41 (2003), 41-46.

Remerciements

Les auteurs remercient Frédéric Bourson et Mohamed Sadli du Laboratoire Commun de Métrologie (LCM) LNE-CNAM pour des discussions fructueuses et pour le prêt de trois cellules eutectiques de qualité métrologique.