

MESURE DES PROPRIÉTÉS THERMOPHYSIQUES : LA TRAÇABILITÉ AU SI ASSURÉE À ULTRÀ HAUTE TEMPÉRATURE

DANS LE CADRE DU PROJET EUROPÉEN Hi-TRACE, LE LNE A AMÉLIORÉ LES PERFORMANCES DE SES BANCS DE RÉFÉRENCE POUR LA MESURE DE DIFFUSIVITÉ THERMIQUE ET DE CAPACITÉ THERMIQUE MASSIQUE. ILS PERMETTENT DÉSORMAIS DES MESURES TRAÇABLES AU SI JUSQU'À 3 000 °C.

De nombreux industriels, notamment des secteurs aérospatial ou nucléaire, ont besoin de connaître les propriétés thermophysiques de matériaux à des températures comprises entre 1 500 °C et 3 000 °C. Pour autant, jusqu'à récemment, il n'existait aucune possibilité de garantir la traçabilité au SI des mesures réalisées dans cette plage de température, faute d'infrastructure métrologique adaptée. La mettre sur pied était l'enjeu du projet européen Hi-TRACE, clos en 2021 sous la coordination du LNE, grâce auquel la traçabilité métrologique des mesures de capacité thermique massique, de diffusivité thermique et d'émissivité spectrale est désormais garantie jusqu'à 3 000 °C.

UN NOUVEAU BANÇ POUR UNE PLUS LARGE GAMME DE TEMPÉRATURE

Comme l'explique Bruno Hay, au LNE, «avant Hi-TRACE, aucun laboratoire national de métrologie ne proposait de dispositifs de mesure de propriétés thermophysiques fonctionnant dans cette gamme de température. Par exemple, au LNE, notre banc de mesure de la diffusivité thermique, grandeur relative à la vitesse de propagation par conduction de la chaleur dans un matériau, pourtant le plus performant en Europe, était limité à une température maximale de 2 000 °C.»

Précisément, ce banc consiste en un four inductif dans lequel un échantillon est excité thermiquement sur une face par une brève impulsion laser, l'évolution de la température de la face opposée étant mesurée simultanément en fonction du temps. On en déduit alors la diffusivité thermique du matériau par identification à un modèle théorique décrivant le transfert de chaleur dans l'échantillon.

Pour permettre des mesures fiables jusqu'à 3 000 °C, les métrologues ont entièrement revu leur installation : «Nous avons changé le générateur de courant électrique haute fréquence pour le chauffage, traité les perturbations électromagnétiques induites par ce générateur qui sont susceptibles d'affecter les mesures, adapté le système permettant de travailler sous atmosphère de gaz neutre afin de limiter l'oxydation et la contamination des échantillons, et conçu un système d'étalonnage in situ des pyromètres destinés à mesurer la température de l'échantillon», détaille le spécialiste.



Trois questions à...

BRUNO HAY,
RESPONSABLE DU PÔLE PHOTONIQUE-ÉNERGÉTIQUE

Au terme du projet Hi-TRACE, quelle est la place du LNE sur les mesures thermophysiques à ultra haute température ?

B.H. : À l'évidence, nous renforçons notre leadership en proposant une plateforme de mesure tout simplement unique au monde. Concernant les mesures de diffusivité thermique, notre installation n'a pas d'équivalent, tout en permettant également des mesures de capacité thermique massique, à quoi s'ajoutent les bancs dont nous disposons déjà pour les mesures d'émissivité.

Au-delà de ses résultats purement métrologiques, le projet Hi-TRACE a-t-il eu des retombées sur d'autres aspects ?

B.H. : En effet, nous avons rédigé un guide de bonnes pratiques sur les mesures de diffusivité thermique à haute température qui servira de base aux travaux du Groupe de travail sur les propriétés thermophysiques du Comité technique d'EURAMET pour la thermométrie. Par ailleurs, fait rare dans ce type de projet, Hi-TRACE nous a conduit à proposer la révision d'une norme sur la mesure de diffusivité thermique dans les céramiques.

À quoi s'ajoutent d'autres publications ?

B.H. : Hi-TRACE a effectivement donné lieu à dix publications scientifiques dans des revues à comité de lecture. Nous avons également conçu cinq modules de e-learning sur les mesures de diffusivité thermique d'une part, et sur l'établissement rigoureux du budget d'incertitude associé d'autre part. Ces tutoriels, le guide de bonnes pratiques ainsi que les données expérimentales obtenues sont en accès libre sur la plateforme publique Zenodo hébergée par le CERN. Il est clair que cet ensemble renforce notre position, en particulier auprès de nos partenaires industriels.



BANC DE RÉFÉRENCE DU LNE POUR LA MESURE DE DIFFUSIVITÉ THERMIQUE JUSQU'À 3 000 °C.

À quoi s'ajoute une caractérisation ultra fine de l'ensemble. Mieux, le banc du LNE a été aménagé pour permettre également des mesures de capacité thermique massique, grandeur qui renseigne sur la capacité d'un matériau à emmagasiner de la chaleur quand sa température augmente. Le nouveau dispositif est fondé sur le principe de la calorimétrie dite à chute : une fois chauffé dans un four, l'échantillon chute rapidement dans un calorimètre mesurant la chaleur dégagée lors de son refroidissement. Une fois la mesure répétée pour plusieurs températures initiales, un modèle permet d'extraire la grandeur d'intérêt.

De leur côté, les laboratoires nationaux de métrologie (LNM) allemand, serbe et anglais ont développé des bancs respectivement pour la mesure d'émissivité spectrale, de capacité thermique massique et de diffusivité thermique, cette dernière étant une installation adaptée d'un modèle du commerce. À la suite, une comparaison interlaboratoire de mesures de diffusivité thermique à très haute température, impliquant des LNM européens ainsi que plusieurs industriels, a été réalisée sur des

échantillons de graphite, de tungstène et de molybdène préparés et caractérisés préalablement par le LNE. Premier constat, « nous avons observé une très bonne stabilité des propriétés de ces matériaux après plusieurs cycles en température, ce qui en fait de bons candidats pour devenir des matériaux de référence », se félicite Bruno Hay. Ces installations ont également été mises en œuvre pour la caractérisation de propriétés thermophysiques d'alliages métalliques et de matériaux composites à haute température

UNE INSTALLATION UNIQUE AU MONDE

Au-delà, l'ensemble des mesures de diffusivité thermique réalisées par les différents partenaires a révélé une dispersion relative comprise entre 4 % et 9 %, « ce qui est très satisfaisant », indique l'expert. Par ailleurs, afin de garantir l'exactitude de leurs mesures, les chercheurs du LNE ont procédé à une évaluation rigoureuse de leur incertitude. Résultat : l'incertitude relative est inférieure à 5 % entre 23 °C et 3 000 °C. « C'est tout simplement la première fois qu'un tel bilan est réalisé pour ce type de mesure », précise Bruno Hay qui ajoute : pour la mesure de diffusivité thermique, notre banc est sans équivalent dans le monde. Il est également le seul à offrir la possibilité de mesurer à la fois la diffusivité thermique et la capacité thermique massique d'un matériau à des températures aussi élevées. Cette nouvelle infrastructure du LNE, avant même la fin du projet, a déjà été mise à profit par deux entreprises des secteurs spatial et métallurgique pour l'étude du comportement thermique de matériaux à très hautes températures.

CHIFFRES CLÉS

Grâce à son nouveau banc de référence, le LNE a la possibilité de mesurer la diffusivité thermique de matériaux, entre la température ambiante et 3 000 °C. L'incertitude élargie sur ces mesures est comprise entre 3 % et 5 %.