

MÉTROLOGIE DES THERMOMÈTRES

1 - Domaines d'application

- Thermomètres digitaux à sonde, thermomètres à dilatation de liquide (mercure ou alcool) destinés à la mesure de températures dans le laboratoire. Les thermomètres à mercure sont à proscrire et aucun thermomètre à dilatation de liquide n'est autorisé en bio-industrie.
- Appareils pour lesquels il existe un système de mesure de température où la sonde, facile d'accès, peut être placée dans les mêmes conditions que le thermomètre étalon (bains-marie, mélanges, fermenteurs, stérilisateurs, étuves).

Références : ISO 17025 – Manuel qualité : NFX 07 010 – Guide technique COFRAC d'accréditation en température (LAB GTA8)- ISO 15189 - Norme NF X 07-010 (Métrologie dans l'entreprise).

2 - Objectifs

Il s'agit de

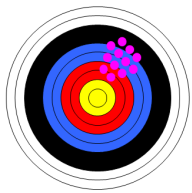
- mettre en pratique un protocole d'étalonnage des thermomètres du laboratoire,
- remplir les fiches correspondantes préalablement préparées en fonction des objectifs choisis (études à réaliser, température à tester), des types et du nombre de thermomètres,
- réaliser les calculs adaptés,
- prendre les décisions concernant les matériels testés.

Pour cela, on pourra mettre en œuvre les étapes suivantes :

- **Étude de linéarité et de justesse :** On compare les mesures obtenues avec les thermomètres de travail, à celles obtenues dans les mêmes conditions avec le thermomètre de référence et cela, à différentes températures.
- **Étude de fidélité :** On mesure plusieurs fois la température d'un même liquide avec les différents thermomètres.
- **Calcul des incertitudes attachées à chaque instrument**

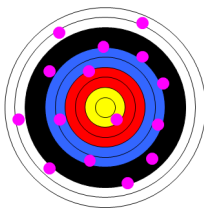
Rappel sur les termes de justesse, fidélité :

Fidélité



Etroitesse de l'accord entre les indications ou les valeurs mesurées obtenues par des mesurages répétés du même objet ou d'objets similaires dans des conditions spécifiées (Guide ISO/CEI 99). Il est nécessaire de considérer la fidélité car les analyses exécutées sur des matériaux dans des conditions similaires ne donnent pas des résultats identiques. Ceci est attribué aux erreurs aléatoires inévitables (on ne peut pas tout contrôler). Cette variabilité doit être prise en compte et elle est généralement exprimée sous forme d'écart type, de variance ou de coefficient de variation.

Justesse



Etroitesse de l'accord entre la MOYENNE d'un nombre infini de valeurs mesurées répétées et une valeur de référence (Guide ISO/CEI 99).

ICI VALEUR DE REFERENCE = MESURE DU THERMOMETRE DE ETALON

La détermination de la justesse d'une méthode de mesure est possible quand une valeur vraie est disponible pour la propriété mesurée. Dans certains domaines d'activités, les méthodes de mesure ne dispose pas de valeur vraie d'où l'intérêt des essais inter-laboratoires. On obtiendra une valeur de référence acceptée pour la propriété mesurée.

Erreur aléatoire : Fidélité

Une erreur est aléatoire lorsque, d'une mesure à l'autre, la valeur obtenue peut être surévaluée ou sous-évaluée par rapport à la valeur réelle.

Exemple : La mesure du temps avec un chronomètre. L'erreur vient du temps de réaction de l'expérimentateur au démarrage et à l'arrêt du chronomètre. Comme ce temps de réaction n'est pas toujours le même, la valeur mesurée peut être surévaluée ou sous-évaluée.

La multiplication des mesures va atténuer l'erreur aléatoire.

Erreur systématique : Justesse

Une erreur est systématique lorsqu'elle contribue à toujours surévaluer (ou toujours sous-évaluer) la valeur réelle.

Exemple 1 : Une règle dont il manque le premier centimètre. Toutes les mesures seraient surévaluées.

Exemple II : Si une balance indique déjà quelques grammes lorsque le plateau n'est pas chargé. Toutes les mesures seront surévaluées.

3 - Procédure

3 – 1 Matériel

- **Thermomètre étalon :** Il est d'usage d'employer les termes *thermomètre étalon* ou *sonde étalon* pour désigner le matériel métrologiquement raccordé à l'étalon international et accompagné d'un certificat d'étalonnage.
- **Le thermomètre de référence :** Il peut être le thermomètre étalon lui-même ou un *thermomètre étalon de transfert*, aussi appelé *sonde comparative*. Ce dernier a été étalonné à partir du thermomètre étalon suivant le même protocole que ci-après.
- Pour les laboratoires d'enseignement ne disposant pas d'un thermomètre étalon raccordé, on choisit le thermomètre le plus "précis" que l'on appelle "étalon" (en fait on crée un faux étalon qui servira à la manipulation), sachant que celui-ci devra être d'une résolution de $\frac{1}{10}$ plus grande que les thermomètres à étalonner (si ceux-ci sont gradués de degré en degré (résolution 1 °C), l'étalon devra être au $\frac{1}{10}$ de degré...).
- **Thermomètres du laboratoire :** On les identifie physiquement (en les marquant un par un avec un feutre indélébile par exemple) pour les reconnaître et on attribue à chacun une fiche de vérification.
- **Bains-marie :** Il est préférable d'utiliser des bains d'eau à recirculation pour avoir la meilleure homogénéité de la température. Ils sont à mettre en marche suffisamment tôt pour que la température s'y stabilise. On prépare le bain-marie à la température d'étalonnage d'usage de l'équipement (la correction à apporter, trouvée en un point peut être extrapolée à 2 ou 3 °C autour de ce point, par exemple si un thermomètre est vérifié à 30°C et que l'on trouve un écart de + 1,5 °C par rapport au thermomètre de référence, on considèrera que cet écart est identique dans la plage de 27 à 33 °C, en deçà et au-delà, il faudra réaliser un autre étalonnage et recalculer l'écart).

Remarques pratiques :

- **Préparation de la glace fondante :** Mélanger dans un grand béccher de la glace pilée et de l'eau distillée (en proportion $\frac{4}{5}$ et $\frac{1}{5}$), bien tasser la glace et éliminer l'excès d'eau.

Les thermomètres électroniques sont à brancher 2 heures avant le début des mesures. On prendra soin d'immerger les thermomètres à dilatation de liquide jusqu'à la graduation de la température lue.

3 - 2 Linéarité et justesse

3-2-1 Préparations

- Préparer 5 bains-marie à 5 températures différentes pour l'étalonnage (par exemples : 0 °C dans la glace fondante, eau du robinet, 30 °C, 60 °C, eau bouillante, bain d'huile pour des températures supérieures à 100 °C).
- Les températures de référence sont à choisir en fonction des instruments et des besoins de mesure.
- Préparer les thermomètres (référence et à étalonner).

3-2-2 manipulations

- Vérifier l'homogénéité des bains en relevant en 4 points la température autour du thermomètre à vérifier avec le thermomètre de référence. Noter ces 4 températures. On peut aussi évaluer l'hétérogénéité en 5 points dans le bain thermostaté avec le thermomètre de référence (1 au centre et 4 autour).
- Pour chacun de ces 5 bains-marie, placer le thermomètre de référence au centre du milieu à mesurer.
- Placer les thermomètres à étalonner aux places préalablement préparées, si possible 10 à 15 minutes avant les mesures.
- Relever 10 mesures indiquées par le thermomètre de référence pendant environ 1 min (ligne 1).
- Placer le thermomètre de référence près du thermomètre à étalonner.
- Sur une durée d'environ 1 minute, relever 10 couples de températures : une indiquée par le thermomètre à étalonner et l'autre par le thermomètre de référence (lignes 2 et 3 du tableau).
- En fin d'étalonnage, relever de nouveau 10 mesures de température avec le thermomètre de référence sur une durée d'environ 1 minute (ligne 5 du tableau).
- Reporter les résultats dans le tableau suivant.

| | | | | | | | | | | | | | |
|---|--|--|--|--|--|--|--|--|--|--|--|--|--|
| 1 | Températures initiales thermomètre de référence | | | | | | | | | | | | |
| 2 | Températures thermomètre à étalonner | | | | | | | | | | | | |
| 3 | Températures thermomètre de référence | | | | | | | | | | | | |
| 4 | Différence thermomètre de référence /thermomètre à étalonner | | | | | | | | | | | | |
| 5 | Températures terminales thermomètre de référence | | | | | | | | | | | | |

Exemple : Réalisation des mesures dans un bain à 30 °C. (Réaliser un tableau par température).

| | | | | | | | | | | | | <i>M</i> | <i>ET</i> |
|---|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|--------|----------|-----------|
| Valeurs initiales | 30,21 | 30,21 | 30,22 | 30,22 | 30,21 | 30,23 | 30,25 | 30,23 | 30,21 | 30,20 | 30,219 | 0,015 | |
| Valeurs terminales thermomètre de référence | 30,22 | 30,23 | 30,19 | 30,24 | 30,20 | 30,21 | 30,24 | 30,18 | 30,22 | 30,21 | 30,214 | 0,020 | |
| T°C thermomètre | 31,7 | 32,0 | 31,8 | 32,2 | 32,4 | 31,8 | 32,5 | 32,6 | 32,1 | 32,9 | 32,2 | 0,39 | |
| T°C thermomètre de référence | 30,22 | 30,20 | 30,19 | 30,23 | 30,20 | 30,21 | 30,22 | 30,24 | 30,21 | 30,17 | 30,209 | 0,020 | |

Résolution thermomètre de référence : 0,01°C

Résolution thermomètre à étalonner : 0,1°C

M : moyenne

ET : écart type

On peut utiliser des sondes silicium radio pour une gamme de -40°C à +105°C avec une résolution de 0,1°C (équivalent au thermomètre à étalonner précédent).

3 - 3 Fidélité

- Placer le thermomètre à tester à une température voisine de la température minimale de l'étendue de mesure (par souci pratique, on se placera à environ 30 °C)
- Réaliser 10 mesures en provoquant un écart d'au moins 20 °C entre chaque mesure (placer entre chaque mesure le thermomètre dans un bain d'eau glacée pendant 1 min)
- Réaliser 10 autres mesures en se plaçant à une température proche du maximum de l'étendue de mesure (par souci pratique, on se placera à 60 °C ou dans l'eau bouillante), en provoquant un écart de température d'au moins 20 °C entre chaque mesure.
- Noter les résultats dans un tableau.
- L'erreur de fidélité est égale à l'écart maximum observé.

3 - 4 Résultats et calculs

- À partir de l'étude de linéarité, réaliser des graphes Température étalon en fonction de la température des thermomètres.
À partir des relevés de température, calculer les moyennes et les écarts-types des valeurs de température données par le thermomètre à vérifier et le thermomètre de référence.
La correction à apporter sur la lecture de la température correspond à la différence des moyennes de températures données par le thermomètre de référence et le thermomètre de travail.

- Calcul des incertitudes : l'incertitude de mesure est la somme de :
 - Incertitude due au hasard et calculée statistiquement : écart-type des 20 mesures (initiales et terminales) indiquées par le thermomètre de référence: variance de type **A** : s_A^2
 - Incertitude due à la manipulation :
variance de type **B** : u_1^2 (variance de lecture du thermomètre) + u_2^2 (variance de lecture du thermomètre de référence) + u_3^2 (variance d'étalonnage du thermomètre de référence) + u_4^2 (variance d'homogénéité) + u_5^2 (variance d'homogénéité du bain)
 - $u_1^2 = \frac{d_1^2}{12}$ où d_1 est la résolution du thermomètre à étalonner
 - $u_2^2 = \frac{d_2^2}{12}$ où d_2 est la résolution du thermomètre de référence
 - $u_3^2 = \frac{d_3^2}{4}$ où d_3 est l'incertitude maximale fournie par le procès verbal COFRAC le plus récent (on prend la moitié de l'incertitude à la température la plus proche, élevée au carré)
 - u_4^2 = variance expérimentale des 10 mesures du thermomètre à étalonner.
 - u_5^2 = variance d'hétérogénéité de la répartition de la température dans le bain. u_5 est l'écart maximum mesuré ($T_{\max} - T_{\min}$) divisé par $2\sqrt{3}$ et $u_5^2 = \frac{(T_{\max} - T_{\min})^2}{12}$ si on considère que la variation d'homogénéité du bain suit une répartition rectangulaire.

- L'estimation de l'écart-type composé s'exprime : $s = \sqrt{\sum_j u_j^2}$ ou encore

$$s = \sqrt{s_A^2 + \frac{d_1^2}{12} + \frac{d_2^2}{12} + \frac{d_3^2}{4} + u_4^2 + u_5^2}$$

L'incertitude globale devient : $\delta = \pm 2s$.

La variance de type B est surtout applicable aux thermomètres à affichage numérique.

3 - 5 Décision

- On estime l'écart de température lu sur le thermomètre de référence et sur le thermomètre à étalonner, en tenant compte de l'incertitude de la mesure de l'étalonnage. Choisir alors une prescription en fonction du résultat et de la performance de mesure attendue.
- Si l'incertitude due au système d'étalonnage ($u_2^2 + u_3^2 + u_4^2 + u_5^2$) est supérieure au quart de la prescription, il y a ERREUR DU SYSTEME D'ETALONNAGE, c'est à dire que les conditions matérielles d'utilisation de l'étalon étaient défectueuses.

- Si l'incertitude découlant de la lecture du thermomètre de référence est supérieure au quart de la prescription, il y a ERREUR INSTRUMENT c'est à dire que le thermomètre de référence utilisé n'est pas apte à ce type d'étalonnage (rare).
- Si la valeur absolue de l'écart entre thermomètre de référence et thermomètre à étalonner est supérieure à δ , la décision est l'ETALONNAGE, c'est à dire la correction automatique appliquée à toute lecture. Cette correction est indiquée sur le thermomètre et à appliquer sur la valeur lue.
- Si la valeur absolue de l'écart entre thermomètre de référence et thermomètre à étalonner est supérieure à la prescription, le thermomètre est déclaré NON CONFORME car il est psychologiquement difficile de faire admettre une correction importante de température par des opérateurs.
- Sinon le thermomètre est CONFORME

Remarque : Dans le cas des thermomètres à colonne de liquide, une correction de colonne émergente peut être apportée :

$$\text{Correction de colonne émergente : } (T_l - T_s) \times (T_l - T_a) \times K = C_{ce}$$

T_l : température lue

T_s : graduation à la surface du liquide

T_a : température ambiante autour de la partie émergente du thermomètre

K : coefficient de dilatation du liquide dans le verre : 10^{-3} pour l'alcool et $1,6 \times 10^{-4}$ pour le mercure

Cette correction est négligeable pour des étalonnages de thermomètres courants (à 0,1 °C). Cette valeur est à ajouter à la valeur lue lorsque la C_{ce} est positive et à retrancher lorsqu'elle est négative.

4 - Rapport

- Rédiger une fiche type d'étalonnage et de vérification pour les thermomètres.
- Remplir cette fiche pour les appareils testés
- Réaliser un dossier d'étalonnage pour chaque thermomètre, contenant :
 - La fiche signalétique
 - La fiche des résultats de justesse et linéarité
 - Le graphe de linéarité
 - Les calculs
 - Le tableau de correction en fonction des températures
 - La décision

Exemple de calcul

| | | | | | |
|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
| s_4^2 | d_1 | d_2 | d_3 | u_4 | u_5 |
| 0,017 | 0,1 | 0,01 | 0,07 | 0,1521 | 0,08 |
| | u_1^2 | u_2^2 | u_3^2 | u_4^2 | u_5^2 |
| | 0,01 | 0,0001 | 0,005 | 0,023 | 0,006 |

Correction à apporter : $32,20 - 30,209 = 1,991$, soit 2 °C à enlever systématiquement à la lecture du thermomètre à étalonner.

Écart type composé : $s = \sqrt{0,017 + \frac{0,01}{12} + \frac{0,07}{12} + \frac{0,1521}{4} + 0,023 + 0,006} \approx 0,08987$ °C et $\delta = 0,18$ °C.

Si on lit 34,6°C avec le thermomètre de travail étalonné, il faut d'abord corriger l'erreur de justesse ($34,6 - 2 = 32,6$ °C) puis lui attribuer son incertitude : $32,6$ °C \pm 0,18°C.

On peut ensuite classer les causes d'incertitude dans l'ordre croissant pour détecter éventuellement les causes négligeables.

CERTIFICAT D'ETALONNAGE N°6/144447/1

ETALONNAGE D'UNE CHAÎNE DE TEMPERATURE

I. IDENTIFICATION:

La chaîne de température à étalonner a les caractéristiques suivantes

N° IDENTIFICATION : /
CONSTRUCTEUR : AOIP + CEMIC
TYPE APPAREIL: PN5207 + Pt100 (long. 100mm;03mm)
N° DE SERIE: 9207.1630 + 922922/51
ETENDUE DE MESURE : 0 à 120°C
REMARQUE : "entrée "SI"

2.METHODE D'ETALONNAGE:

L'étalonnage est effectué par comparaison à un capteur étalon placé dans un milieu de comparaison

à 0°C : Par comparaison à un bain de glace fondante.

de -30°C à 250 °C : Par comparaison à une sonde à résistance de platine étalon HERAEUS TLH600 (n° série: 414), associée à un multimètre numérique DATRON 1281 (n° série: 26594-9), dans des bains thermostatés KB21 ou KB11 (Huile Baysilone et Huile PROLABO), sous un courant de 1mA, avec bloc d'égalisation.

3.CONDITIONS D'ETALONNAGE :

L'étalonnage est effectué dans les conditions suivantes :

Température ambiante : (20 ± 1) °C
Humidité ambiante : (50 ± 10) %HR

4.PROCEDURE D'ETALONNAGE :

L'étalonnage comporte pour chaque palier de température

- 10 relevés de la chaîne étalon;
- 10 relevés de la chaîne à étalonner;
- 10 relevés de la chaîne étalon.

Page 3/3

Remarque :

CERTIFICAT D'ETALONNAGE N°6/144447/1

5.RESULTATS :

N° IDENTIFICATION : DATE
DE L'ETALONNAGE : 30 décembre 2004 S. BIHE
ETALONNAGE REALISE PAR :

Le tableau fournit la valeur moyenne de la température de la chaîne à étalonner au point de glace :

| Température glace fondante en °C | Température indiquée par la chaîne à étalonner $t(\text{chaîne})$ en °C | Ecart relevé $t(\text{chaîne}) - t(\text{pt fixe})$ en °C | Incertitude d'étalonnage en °C | Profondeur d'immersion en cm |
|----------------------------------|---|---|--------------------------------|------------------------------|
| 0,000 | -0,07 | -0,070 | $\pm 0,043$ | 10 |

Le tableau fournit la valeur moyenne de la température de la chaîne à étalonner, à la température du bain.

| Température du bain $t(\text{bain})$ en °C | Température indiquée par la chaîne à étalonner $t(\text{chaîne})$ en °C | Écart relevé $t(\text{chaîne}) - t(\text{bain})$ en °C | Incertitude d'étalonnage en °C | Profondeur d'immersion en cm |
|--|---|--|--------------------------------|------------------------------|
| 40,028 | 40,02 | -0,008 | $\pm 0,070$ | 10 |
| 80,026 | 80,05 | 0,024 | $\pm 0,114$ | 10 |
| 120,035 | 120,10 | 0,065 | $\pm 0,115$ | 10 |

La "chaîne" correspond dans notre protocole, aux thermomètres à étalonner.

"Les incertitudes élargies mentionnées sont celles correspondant à deux fois l'incertitude-type composée.

Les incertitudes types ont été calculées en tenant compte des différentes composantes d'incertitudes, étalon de référence, moyens d'étalonnage, conditions d'environnement, contribution de l'instrument étalonné, répétabilité..."

Lors de l'utilisation de la chaîne, l'incertitude finale sur la mesure devra être estimée en combinant l'incertitude globale provenant de l'étalonnage et les composantes liées à l'utilisation :

- dérive de la chaîne entre deux étalonnages
- conditions d'échanges thermiques (différentes lors de l'étalonnage et l'utilisation)
- répétabilité et reproductibilité

La délivrance d'un certificat d'étalonnage portant le logotype Cofrac-Etalonnage garantit le raccordement des résultats d'étalonnage au système international SI.