

GUIDE TECHNIQUE D'ACCREDITATION EN TEMPERATURE

LAB GTA 08

Révision 02



Section LABORATOIRES

Sommaire

1-	OBJET DU DOCUMENT	5
2-	REFERENCES	5
3-	MODALITE D'APPLICATION	6
4-	SYNTHESE DES MODIFICATIONS	6
5-	EXPRESSION DE LA PORTEE D'ACCREDITATION	6
	5.1 PRESENTATION DE LA PORTEE	6
	5.2 DEFINITION DES METHODES D'ETALONNAGE	11
	5.3 DETERMINATION DES MEILLEURES INCERTITUDES D'ETALONNAGE	11
	5.4 DEGRADATION DES INCERTITUDES	11
	5.5 REMARQUES SUR L'ECRITURE DE LA PORTEE.....	12
6-	RECEVABILITE OPERATIONNELLE	12
7-	ESTIMATION DES INCERTITUDES	13
	7.1 REGLES GENERALES	13
	7.2 REPETABILITE	13
	7.3 MODELISATION	15
	7.4 HOMOGENEITE DU MILIEU DE COMPARAISON.....	17
	7.5 PARTICULARITES POUR LES COUPLES THERMOELECTRIQUES	17
	7.5.1 <i>Prise en compte des hétérogénéités des couples thermoélectriques</i>	17
	7.5.2 <i>Jonction de référence</i>	19
	7.5.3 <i>Câble de compensation et d'extension et connectique</i>	19
	7.6 PARTICULARITES POUR LES SONDAS A RESISTANCE DE PLATINE	20
	7.7 PARTICULARITES POUR LES THERMOMETRES A DILATATION DE LIQUIDE	20
8-	PRESENTATION DU BILAN DES INCERTITUDES	20
9-	ETALONNAGES PARTICULIERS	21
	9.1 CHAINE DE MESURE DE TEMPERATURE COMPLETE	21
	9.2 BOITE DE JONCTION DE REFERENCE POUR COUPLE THERMOELECTRIQUE.....	21
	9.3 FOUR D'ETALONNAGE PORTABLE	21
	9.4 ETALONNAGE PAR SIMULATION ELECTRIQUE	23
	9.5 CAPTEURS AUTONOMES	23
	9.5.1 <i>Généralités</i>	24
	9.5.2 <i>Recommandations pour l'étalonnage des thermomètres autonomes</i>	24
	9.5.3 <i>Incertitudes</i>	25
10-	CARACTERISATION DES MOYENS D'ETALONNAGE	26
	10.1 RACCORDEMENTS DES MOYENS DE REFERENCE	26
	10.2 CARACTERISATION DES GENERATEURS DE TEMPERATURE	26
11-	PARTICIPATION AUX COMPARAISONS INTERLABORATOIRES	27
12-	RECOMMANDATIONS POUR LES ETALONNAGES SUR SITE	28
	12.1 ÉVALUATION DES INCERTITUDES SUR SITE.....	28
	12.2 LE PERSONNEL	28
	12.2.1 <i>Qualification du personnel</i>	28
	12.2.2 <i>Surveillance de la qualification du personnel</i>	29
	12.3 TRAÇABILITE DES ETALONNAGES SUR SITE	29
	12.3.1 <i>Paramètres d'influence</i>	29
	12.3.2 <i>Moyens d'étalonnage</i>	29
	12.3.3 <i>Milieux de comparaison</i>	29
	12.4 MEILLEURES POSSIBILITES D'ETALONNAGE SUR SITE	30

12.5 COMPARAISONS INTERLABORATOIRES	30
13- PARTICULARITES SUR LA PRESENTATION DES RESULTATS	30
13.1 ÉTABLISSEMENT D'UN CERTIFICAT D'ETALONNAGE	30
13.1.1 Exemple 1 : étalonnage d'un thermomètre à résistance de platine	31
13.1.2 Exemple 2 : étalonnage d'un couple thermoélectrique	31
13.2 DECLARATION DE CONFORMITE.....	33
13.2.1 Programme d'étalonnage.....	33
13.2.2 Modalités de délivrance du document spécifiant la déclaration de conformité d'un instrument de mesure ou d'une grandeur matérialisée en température	35
13.2.3 Contenu de la procédure relative à la délivrance des constats de vérification	35
ANNEXE 1 : EXEMPLES D'EXPLOITATION ET DE PRESENTATION DES ESTIMATIONS D'INCERTITUDE EN THERMOMETRIE	37
A-1.1 OBJET DE L'ANNEXE 1	37
A-1.2 EXEMPLE 1 : ETALONNAGE D'UN THERMOMETRE A DILATATION DE LIQUIDE PAR COMPARAISON A UNE TEMPERATURE DE 100 °C DANS UN BAIN D'EAU	38
A-1.2.1 Matériel mis en œuvre	38
A-1.2.2 Méthode d'étalonnage.....	38
A-1.2.3 Modèle des mesures.....	39
A-1.2.4 Détermination des différentes corrections et des incertitudes associées	39
A-1.2.5 Bilan des incertitudes.....	41
A-1.2.6 Établissement des résultats d'étalonnage.....	42
A-1.3 EXEMPLE 2 - ETALONNAGE D'UN THERMOMETRE A RESISTANCE DE PLATINE DE 100 Ω PAR COMPARAISON A UNE TEMPERATURE DE 80 °C.....	42
A-1.3.1 Matériel mis en œuvre	42
A-1.3.2 Méthode d'étalonnage.....	43
A-1.3.3 Modèle des mesures.....	44
A-1.3.4 Détermination des différentes corrections et des incertitudes associées	45
A-1.3.5 Bilan d'incertitude sur la température t à laquelle se trouve la sonde à étalonner.....	47
A-1.3.6 Établissement des résultats d'étalonnage.....	49
A-1.4 EXEMPLE 3 : ETALONNAGE D'UN COUPLE THERMOELECTRIQUE DE TYPE K PAR COMPARAISON A UNE TEMPERATURE DE 1000 °C	49
A-1.4.1 Matériel mis en œuvre	49
A-1.4.2 Méthode d'étalonnage.....	50
A-1.4.3 Modèle des mesures.....	50
A-1.4.4 Détermination des différentes corrections et des incertitudes associées	51
A-1.4.5 Bilan des incertitudes.....	52
A-1.4.6 Établissement des résultats d'étalonnage.....	53
A-1.4.7 Vérification	53
ANNEXE 2 : ETALONNAGE DE SIMULATEURS OU D'INDICATEURS DE TEMPERATURE PAR SIMULATION ÉLECTRIQUE	54
A-2.1 OBJET DE L'ANNEXE 2.....	54
A-2.2 CERTIFICATS D'ETALONNAGE	54
A-2.3 MISE EN GARDE.....	54
A-2.4 EXEMPLE 1 : ETALONNAGE D'UN INDICATEUR DE TEMPERATURE UTILISE ASSOCIE A UN THERMOCOUPLE	55
A-2.4.1 Schéma	55
A-2.4.2 Analyse des causes d'incertitudes	55
A-2.4.3 Étalon de référence à raccordement externe.....	56
A-2.4.4 Étalon de référence à raccordement interne.....	56
A-2.5 EXEMPLE 2 : ETALONNAGE D'INDICATEUR DE TEMPERATURE POUR SONDE A RESISTANCE DE PLATINE 100 Ω À 0 °C.....	56
A-2.5.1 Schéma	56
A-2.5.2 Analyse des causes d'incertitudes	56
A-2.5.3 Étalon de référence à raccordement interne ou externe.....	57
A-2.6 PRESENTATION DES TABLEUX DES POSSIBILITES D'ETALONNAGE POUR LES DEUX EXEMPLES PRECEDENTS	57
A-2.7 VALEURS NUMERIQUES POUR L'EXEMPLE 1	58

AVANT PROPOS

Dans le cadre de la réforme engagée par la Section Laboratoires du Cofrac, les compétences techniques sur lesquelles le Cofrac établira à l'avenir l'accréditation en température ont été identifiées. Ces compétences, déclinées en fonction des techniques ou des moyens utilisés, sont les suivantes :

- Etalonnage de couples thermoélectriques,
- Etalonnage de capteurs à résistance thermométrique de platine,
- Etalonnage de thermomètres à dilatation de liquide,
- Etalonnages particuliers (chaînes de mesure complètes, boîtes de jonction de référence pour couple thermoélectrique, fours d'étalonnage portable, étalonnage de simulateurs ou d'indicateurs de température par simulation électrique, capteurs autonomes possédant une capacité d'enregistrement, etc.)

Les recommandations relatives aux éléments suivants ne sont pas insérées dans ce présent guide, et seront considérées dans une prochaine révision de ce document :

- Etalonnage d'autres appareils ou systèmes "exotiques" de mesure de température,
- Etalonnage de thermomètres de surface ou de contact,
- Etalonnage de pyromètres,
- Caractérisation en température d'installations industrielles.

LA VERSION ELECTRONIQUE FATA FOU

1- OBJET DU DOCUMENT

Le présent guide technique s'adresse en premier lieu à l'ensemble des laboratoires accrédités ou candidats à une accréditation dans le domaine des températures, en second lieu aux laboratoires accrédités en essais ou en analyses réalisant leurs propres étalonnages en interne ; aux membres de la structure permanente du Cofrac et aux évaluateurs et experts techniques en TEMPERATURE du Cofrac, pour lesquels il constitue une base d'harmonisation ; aux membres des instances du Cofrac (Comité de Section Laboratoires, Commission d'Accréditation « Physique – Mécanique »).

En ligne avec l'annexe B de la norme NF EN ISO/CEI 17025, le présent Guide Technique d'Accréditation (GTA) présente un état des lieux des bonnes pratiques dans le domaine des températures et établit des recommandations résultant de l'application de cette norme aux domaines de compétence recensés dans l'avant-propos. Ce guide ne se substitue pas aux exigences et/ou normes applicables au sein du laboratoire. Les recommandations qu'il contient et que le laboratoire est libre d'appliquer sont celles reconnues comme étant les plus appropriées par le Cofrac pour répondre aux exigences de la norme NF EN ISO/CEI 17025 et du document LAB REF 02. Dans tous les cas, il appartient au laboratoire de démontrer que les dispositions qu'il prend permettent de satisfaire pleinement aux exigences de la norme NF EN ISO/CEI 17025.

2- REFERENCES

En plus des documents contractuels du Cofrac, une liste non exhaustive de documents de référence est fournie, dont l'utilisation de certains peut s'avérer nécessaire. Lorsque les versions des documents indiqués ci-dessous sont remplacées par de nouvelles versions, il convient que l'organisme applique la dernière version, sauf obligation réglementaire. Le laboratoire, s'il le souhaite, peut utiliser d'autres méthodes dérivées ou d'autres références, ou appliquer ses propres méthodes, dès lors qu'il justifie son choix et qu'il valide les méthodes.

- VIM, JCGM 200, Vocabulaire international de métrologie, disponible sur le site du BIPM : <http://www.bipm.org/fr/publications/guides/>
- GUM, JCGM 100, Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure, disponible sur le site du BIPM : <http://www.bipm.org/fr/publications/guides/>
- EA 4/02 : Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration
- FD X 07-028 Métrologie : Procédure d'étalonnage et de vérification des thermomètres – estimation des incertitudes sur les mesures de température (publié par l'AFNOR)
- FD X 07-029-1 Métrologie : Procédure d'étalonnage et de vérification des thermomètres - Partie 1 : procédure d'étalonnage et de vérification des sondes et thermomètres à résistance (publié par l'AFNOR)
- FD X 07-029-2 Métrologie : Procédure d'étalonnage et de vérification des thermomètres - Partie 2 : procédure d'étalonnage et de vérification des couples thermoélectriques et thermomètres à couple thermoélectrique (publié par l'AFNOR)
- FD X 07-029-3 Métrologie : Procédure d'étalonnage et de vérification des thermomètres - Partie 3 : procédure d'étalonnage et de vérification des thermomètres à dilatation de liquide (publié par l'AFNOR)
- NF C42-324 : Câbles d'extension et de compensation pour couples thermoélectriques - Composition, nature des matériaux, essais de fabrication
- NF EN 60584-1 : Couples thermoélectriques - Partie 1 : tables de référence.

- NF EN 60584-2 : Couples thermoélectriques - Deuxième partie : tolérances
- NF EN 62460 : Tableaux température - Force électromotrice (F.É.M) pour les combinaisons de couples thermoélectriques à éléments purs
- NF EN 60751 : Thermomètres à résistance de platine industriels et capteurs thermométriques en platine
- Échelle Internationale de température de 1990 (EIT-90), disponible sur le site web du BIPM : <http://www.bipm.org/utils/common/pdf/its-90/EIT-90.pdf>
- Guide EURAMET, Calibration of Thermocouples, EURAMET/cg-08
- Guide EURAMET, Guidelines on the calibration of temperature Indicators and Simulators by Electrical Simulation and Measurement, EURAMET/cg-11
- Guide EURAMET, Calibration of Temperature, Block calibrators, EURAMET/cg-13

3- MODALITE D'APPLICATION

Le présent document est applicable à compter du **15 Juillet 2017**.

4- SYNTHESE DES MODIFICATIONS

Ce document annule et remplace la révision 01 précédente.

Les modifications apportées sont indiquées par une marque de révision en marge gauche du document. Ces modifications concernent la reformulation de l'expression des portées d'accréditation telles que définies dans le document LAB REF 08 révision 04. Elles touchent uniquement la forme des dénominations des portées d'accréditation et ne modifient pas le champ de compétence revendiqué.

5- EXPRESSION DE LA PORTEE D'ACCREDITATION

L'expression de la compétence d'un organisme est décrite dans sa portée d'accréditation. Le mode retenu pour exprimer la portée d'accréditation des laboratoires permet de préciser, par domaine de compétence technique, le niveau de flexibilité de l'accréditation auquel le laboratoire concerné postule. Les éléments nécessaires pour l'expression des portées d'accréditation ainsi que les définitions de flexibilité sont décrits dans le document LAB REF 08.

En particulier, le niveau de flexibilité de FLEX 3 permet par exemple au laboratoire de développer des méthodes d'étalonnage suivant un principe de mesure défini dans la portée générale et dont la compétence a été évaluée préalablement par le Cofrac.

Il convient que les laboratoires accrédités en essais/analyse, réalisant leur raccordement en interne, enregistrent également, pour un usage interne, leurs meilleures possibilités d'étalonnage suivant les modèles de portée présentés dans ce paragraphe

5.1 Présentation de la portée

Le laboratoire présentera sa portée selon les deux types de flexibilité FIXE ou FLEX 3 (Cf. tableaux ci-après) ; considérant que les flexibilités de type FLEX 1 et FLEX 2 ne s'appliquent que pour des référentiels normatifs ou assimilés, inexistant à ce jour dans le domaine d'étalonnage en température.

• **Expression de la portée d'accréditation pour une demande de type FIXE**

Le modèle ci-dessous appliqué à une demande de **type FIXE** permet de décrire explicitement la portée, en tenant compte des éléments précisés sous le tableau ; un exemple est présenté en page suivante.

Objet soumis à étalonnage	Mesurande	Étendue de mesure	Meilleure incertitude d'étalonnage	Principe de mesure	Référence de la méthode (*)	Moyens (Équipements; étalons)	Prestation en laboratoire (L) et/ou sur site (S)
(1)	(2)	(3) (4)	(5)	(6)	(7)	(8)	(9)

**Portée FIXE : Le laboratoire est reconnu compétent pour pratiquer les méthodes décrites en respectant strictement les méthodes reconnues mentionnées dans la portée d'accréditation.*

Ou

**Portée FIXE : Le laboratoire est reconnu compétent pour pratiquer les étalonnages en respectant strictement les méthodes mentionnées dans la portée d'accréditation. Les modifications techniques du mode opératoire ne sont pas autorisées.*

- (1) Type d'objet soumis à l'étalonnage (ex. : "Couple thermoélectrique" ou "Thermomètre à dilatation de liquide")
- (2) Grandeur physique mesurée ou mesurande (ex. : "température", "résistance")
- (3) (4) Domaine de température ou valeur ponctuelle d'étalonnage (ex. : "0 °C ; 100 °C" ou "PF du gallium (29,7646 °C)")
- (5) Meilleure incertitude de mesure obtenue en prenant en compte le capteur en étalonnage
- (6) Descriptif succinct de la méthode d'étalonnage et du principe de mesure
- (7) Référence de la méthode : référence de la méthode reconnue ou référence de la méthode interne. L'indice de révision des méthodes internes ne figure plus dans les annexes techniques ; néanmoins la version des méthodes utilisée doit être traçable au sein du laboratoire et un état des révisions depuis la dernière évaluation doit être transmis au Cofrac en préparation des évaluations sur site.
- (8) Moyens physiques mis en œuvre et équipements critiques (ex. : "Bain d'alcool, sonde de référence à résistance platine et multimètre numérique"). L'utilisation d'étalon de travail en lieu et place d'étalon de référence ne donne pas lieu à une reprise de ce point sur la portée d'accréditation à la condition que la méthode soit identique.
- (9) Lieu de la prestation (en laboratoire fixe ou sur site).

Exemple de portée de type FIXE

Objet soumis à étalonnage	Mesurande	Étendue de mesure	Meilleure Incertitude d'étalonnage	Principe de mesure	Référence de la méthode (*)	Moyens d'étalonnage (Étalons, Équipements)	Prestations en laboratoire (L) et/ou sur site (S)
Sonde à résistance de platine	Température	-80 à -40 °C	0,09 °C	Méthode par comparaison	Méthode interne n° P3643	Sonde à résistance de platine; bain à alcool	Laboratoire
		-40 à 80 °C	0,09 °C			Sonde à résistance de platine; bain à alcool / bain de glace fondante / bain à eau	
		80 à 250 °C	0,11 °C			Sonde à résistance de platine; bain à huile	
Thermomètre mécanique, chaîne de mesure de température	Température	-20 à 0 °C	0,8 °C	Méthode par comparaison	Méthode interne n° P3644	Sonde à résistance de platine ; enceinte thermostatée	Laboratoire
		0 à 50 °C	0,6 °C				
		50 à 120 °C	0,7 °C				
Chaîne de mesure de température	Température	-25 à 0 °C	0,4 °C	Méthode par comparaison	Méthode interne n° P3645	Sonde à résistance de platine, four d'étalonnage	Sur site
		0 à 50 °C	0,3 °C				
		50 à 120 °C	0,4 °C				
		120 à 180 °C	0,5 °C				
		180 à 250 °C	2,2 °C			Couple thermoélectrique, four d'étalonnage	

*Portée FIXE : le laboratoire est reconnu compétent pour pratiquer les étalonnages en respectant strictement les méthodes mentionnées dans la portée d'accréditation. Les modifications techniques du mode opératoire ne sont pas autorisées.

- **Expression de la portée d'accréditation pour une demande de type FLEX3**

Le modèle ci-dessous, appliqué à la flexibilité de type FLEX3 permet de décrire explicitement la portée, en tenant compte des éléments précisés sous le tableau ; un exemple est présenté page suivante.

Portée générale

Type d'objet soumis à étalonnage	Caractéristique mesurée	Principe de la méthode (*)
(1)	(2)	(3)

**Portée flexible FLEX3 : Le laboratoire est reconnu compétent, dans le domaine couvert par la portée générale, pour adopter toute méthode reconnue et pour développer ou mettre en œuvre toute autre méthode dont il aura assuré la validation.*

- (1) Type ou famille d'objets soumis à étalonnage (Ex : "Couple thermoélectrique" ou "Thermomètre à dilatation de liquide")
- (2) Grandeur physique mesurée ou mesurande (Ex : "température", "résistance") l'étendue de mesure et les meilleures incertitudes seront précisées.
- (3) Principe technique de mesure défini.

La liste exhaustive des méthodes proposées sous accréditation est tenue à jour par le laboratoire.

Exemple de portée générale FLEX3

Portée Générale

Type d'objet soumis à étalonnage	Caractéristique mesurée	Principe de la méthode (*)
Chaîne de mesure de température (affichage en température ou à sortie électrique)	Température Étendue de mesure : - 60 °C à 1 500 °C meilleures incertitudes de mesure : 0,015 °C	Génération d'un niveau de température dont la valeur est déterminée par un étalon de température – comparaison directe à cet étalon
Indicateur ou simulateur de température	Température Étendue de mesure : - 270 °C à 1 820 °C meilleures incertitudes de mesure : 0,008 °C	Génération ou mesure d'une grandeur électrique simulant le comportement d'un capteur thermométrique normalisé

* Portée flexible de type FLEX3 : Le laboratoire est reconnu compétent, dans le domaine couvert par la portée générale, pour adopter toute méthode reconnue et pour développer ou mettre en œuvre toute autre méthode dont il aura assuré la validation.

5.2 Définition des méthodes d'étalonnage

La documentation technique relative à une demande d'accréditation en métrologie des températures doit comporter un chapitre "domaines d'étalonnage" dans lequel sont décrites les différentes méthodes d'étalonnage mises en œuvre par le laboratoire.

Une méthode d'étalonnage est définie par un principe physique. La documentation technique doit donc faire référence à chacun de ces principes pour lesquels il est nécessaire de décliner les moyens techniques associés.

Chaque méthode de mesure (de résistance électrique, de *f.e.m.*, de dilatation, optique, etc.) devra être détaillée (modes opératoires, schémas, estimation de l'incertitude avec la justification de chaque composante, etc.).

Exemples de méthode de mesure :

- étalonnage d'un thermomètre par comparaison à un thermomètre étalon,
- étalonnage d'un thermomètre aux points fixes de l'E.I.T.90.

Il convient que les laboratoires accrédités en essais/analyse réalisant leurs propres étalonnages en interne, suivent les principes décrits dans ce chapitre.

5.3 Détermination des meilleures incertitudes d'étalonnage

Compte tenu qu'un thermomètre n'est pas un instrument discret, sa présence modifie la répartition de la température du milieu dans lequel il est placé. Conformément au Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure, l'incertitude doit prendre en compte l'instrument en cours d'étalonnage. Il est donc nécessaire de disposer des informations numériques relatives au thermomètre en étalonnage (thermomètre "client") pour estimer l'incertitude de mesure. Par conséquent, les "meilleures incertitudes d'étalonnage" seront estimées en considérant l'étalonnage d'un thermomètre "client" correspondant par exemple aux instruments étalons ou instruments en possession du laboratoire.

Les meilleures incertitudes sont donc déterminées à partir de l'étalonnage d'un thermomètre de caractéristiques métrologiques et géométriques proches de celles du thermomètre étalon.

Ce thermomètre est choisi, en général, de telle manière que les composantes d'incertitudes provenant de cet instrument ne pénalisent pas d'autres instruments susceptibles d'être étalonnés avec les mêmes procédures. Il s'agit, par exemple, dans le cas d'un étalonnage par comparaison, d'un instrument de mêmes caractéristiques que l'étalon utilisé.

Le laboratoire doit tenir à disposition un descriptif des conditions d'étalonnage et des enregistrements concernant le thermomètre étalonné ayant servi à déterminer les meilleures incertitudes d'étalonnage (couple thermoélectrique, thermomètre à résistance, descriptif précis de la chaîne de mesure incluant le capteur et l'indicateur associé).

5.4 Dégradation des incertitudes

Lorsque les meilleures possibilités d'étalonnage ne peuvent pas être réalisées (géométrie du capteur client, ...), le laboratoire doit "dégrader" les incertitudes (de la portée d'accréditation) sans que ceci soit considéré comme de l'adaptation de méthode.

La procédure utilisée, en interne, pour "dégrader" ces incertitudes, doit être intégrée à la documentation technique.

5.5 Remarques sur l'écriture de la portée

Lorsque l'utilisation ultérieure du thermomètre nécessite des moyens techniques particuliers lors de son étalonnage, plusieurs tableaux sont établis pour une même technique d'étalonnage. Par exemple, l'étalonnage par comparaison d'un thermomètre à résistance de platine dans l'air et l'étalonnage du même thermomètre dans un liquide donnent des résultats différents si le thermomètre est sensible au phénomène d'auto-échauffement.

Il y a autant de lignes intermédiaires dans les tableaux, que de domaines de température ou de points ponctuels d'étalonnage. La séparation en domaines est motivée par un changement de moyens précisé (cas des bains thermostatiques) ou par une variation caractéristique des propriétés d'un moyen particulier en fonction de la température (cas des fours d'étalonnage).

La meilleure incertitude précisée pour une ligne de portée donnée doit être atteinte pour chacun des points de l'étendue de mesure correspondante.

6- RECEVABILITE OPERATIONNELLE

Les méthodes d'étalonnage en température ne reposant pas sur des méthodes normalisées, une expertise documentaire est réalisée préalablement à la première évaluation pour chaque nouvelle demande d'accréditation à une nouvelle méthode d'étalonnage afin de s'assurer de sa validité.

Le laboratoire fournira ainsi un dossier technique examiné par un évaluateur du domaine qui contiendra les éléments suivants :

- description détaillée de la méthode d'étalonnage ;
- validation de cette même méthode par l'analyse de données satisfaisantes qui recouvrent le domaine (bibliographie, participation à des essais de comparaison interlaboratoires, essais en double, etc.) ;
- descriptif des équipements et étalons utilisés, leurs raccordements, leurs suivis ;
- évaluation des incertitudes de mesure (description détaillée de la technique de calcul avec prise en compte de toutes les composantes, calcul des meilleures incertitudes possibles, etc.) ;
- des exemples de résultats d'étalonnage ;
- des spécimens de rapports d'étalonnages tels qu'ils sont susceptibles d'être émis (sous accréditation) ;
- des informations sur les locaux (plans du laboratoire, enregistrements des conditions d'environnement) ou des conditions sur sites ;
- tout autre document que le laboratoire jugera utile pour démontrer la validation effective de la méthode demandée à l'accréditation.

7- ESTIMATION DES INCERTITUDES

Ce chapitre s'inspire du "Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure" ("GUM", guide du BIPM repris par l'ISO et connu également sous la référence NF ENV 13005) et du document FDX-07-028. Cette démarche n'exclut pas l'application formelle desdits documents de référence. De la même manière, les laboratoires peuvent adopter la démarche présentée dans le document EA 4-02 et ses compléments (exemples). Des exemples d'exploitation et de présentation des estimations d'incertitude en thermométrie sont présentés dans l'annexe 1 de ce document.

7.1 Règles générales

Il convient de ne pas oublier, lors de l'établissement des bilans d'incertitudes, les éléments suivants (liste non exhaustive) :

- a) Les composantes associées à l'instrument en étalonnage, dont la répétabilité, la résolution (ou le pas de quantification), le phénomène d'hystérésis ;
- b) Les composantes liées au générateur de température, dont par exemple l'homogénéité, la stabilité, etc.
- c) Les composantes associées à la connaissance de la température de référence, dont par exemple les incertitudes des corrections apportées pour déterminer la température de référence, la dérive de l'instrument étalon, la propagation de l'incertitude sur la valeur de la résistance au point triple de l'eau (mesure de résistance réduite), etc.
- d) Les composantes associées aux fuites thermiques. Pour estimer cette composante, le laboratoire a le choix entre deux solutions :
 - réaliser l'étalonnage avec au minimum deux profondeurs d'immersion suffisamment différentes, sur au moins un point d'étalonnage (au point le plus critique) ;
 - proposer une autre méthode validée par le laboratoire (par exemple, cette composante d'incertitude pourra être déterminée à partir d'essais de caractérisation réalisés par le laboratoire d'étalonnage sur des familles représentatives d'instrument de dimensions spécifiées).

7.2 Répétabilité

Ce paragraphe concerne le calcul de la répétabilité de la détermination de la correction d'étalonnage des thermomètres et a pour objectif de présenter des méthodes de calcul qui permettent d'obtenir une composante de répétabilité fiable, de qualité comparable aux autres composantes d'incertitude (ce qui pourrait se traduire par une composante « présentant un nombre de degrés de liberté élevé »). D'autres méthodes de quantification peuvent être mises en œuvre si elles présentent des caractéristiques semblables.

Pour déterminer la répétabilité de la détermination de la correction d'étalonnage, la durée de prises de mesures lors de l'étalonnage doit tenir compte de la représentativité des conditions pour tous les équipements en jeu, comprenant :

- le banc d'étalonnage,
- le thermomètre étalon (le cas échéant),
- le thermomètre en étalonnage.

En particulier, la période de régulation du générateur de température doit être prise en compte, ainsi que l'éventuel déphasage entre les thermomètres. Les mesures utilisées pour déterminer la répétabilité doivent donc couvrir un intervalle de temps en rapport avec le cycle de régulation

du milieu de comparaison. En corollaire, de manière à garantir l'indépendance des mesures successives d'un instrument les unes par rapport aux autres, il est préférable que l'intervalle de prise de mesure ne soit pas inférieur au temps de réponse des instruments.

La méthode préconisée est une méthode d'estimation de type A (calcul de l'écart-type expérimental) : l'incertitude-type est estimée par l'écart-type expérimental de la valeur moyenne de la correction d'étalonnage. Pour l'étalonnage des thermomètres, cette méthode présente une qualité acceptable si le nombre de mesures est supérieur ou égal à 10.

Si le nombre de mesures est inférieur à 10, une méthode alternative peut être mise en œuvre :

a) sous l'hypothèse de normalité :

- l'incertitude-type est estimée à partir de l'étendue des mesures, selon la méthode proposée dans le paragraphe 9.2.1.2 du fascicule de documentation FD X 07-028 ;
- l'incertitude-type est estimée par l'écart-type expérimental des mesures, corrigé en le multipliant par le coefficient de Student adéquat (pour tenir compte du faible nombre de mesures).

b) sous l'hypothèse d'autres lois de distribution :

- sous l'hypothèse de la loi uniforme, l'incertitude-type est estimée par la demie étendue des mesures, divisée par $\sqrt{3}$;
- sous l'hypothèse de la loi arc-sinus (pour des variations temporelles en sinusoïde), l'incertitude-type est estimée par la demie étendue des mesures, divisée par $\sqrt{2}$;
- etc.

L'attention est attirée sur le fait que l'étendue des mesures n'est pas forcément symétrique par rapport à la valeur moyenne ; il est nécessaire de s'en assurer ou d'en tenir compte dans le calcul de la demi-étendue.

Exemple :

Les valeurs relevées sur le thermomètre étalon et sur le thermomètre en étalonnage sont consignées dans le tableau suivant, ainsi que les corrections d'étalonnage calculées.

N° mesure	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Th. étalon [°C]	25,15	25,15	25,16	25,16	25,16	25,15	25,15	25,14	25,14	25,13
Th. en étalonnage [°C]	25,11	25,10	25,08	25,07	25,08	25,12	25,08	25,08	25,11	25,12
Erreurs [°C]	-0,05	-0,05	-0,08	-0,09	-0,08	-0,03	-0,07	-0,05	-0,03	-0,01

La moyenne des erreurs est -0,05 °C et l'écart-type expérimental est 0,026 °C.

L'incertitude-type de répétabilité de l'erreur est :

- $u_{\text{répétabilité}} = s_r = 0,026\text{ °C}$

Remarque : une méthode alternative consiste à utiliser le tableau du fascicule de documentation FD X 07-028. L'étendue W_i est la différence entre la plus grande et la plus petite des valeurs de correction :

- $W_i = -0,09 - (-0,01) = 0,08\text{ °C}$

Pour $n = 10$, le coefficient d_n est égal à 3,08, d'où :

- $u_{\text{répétabilité}} = \frac{W_i}{d_n} = \frac{0,08}{3,08} \approx 0,026\text{ °C}$

7.3 Modélisation

La pratique la plus courante dans les laboratoires d'étalonnage pour déterminer l'équation de la relation d'étalonnage est d'utiliser la méthode des moindres carrés, programmée dans de nombreux logiciels. Cette dernière repose sur l'hypothèse que les incertitudes d'étalonnage sont comparables en tous les points du domaine d'étalonnage (hypothèse d'homoscédasticité). Si ce n'est pas le cas, d'autres méthodes plus complexes peuvent être mises en œuvre, telles que les moindres carrés pondérés.

Dans le cas général, la modélisation de la correction d'étalonnage introduit deux sources d'erreur :

- la première est liée à l'adaptation du modèle mathématique au comportement théorique du capteur ("équation théorique") ;
- la seconde est liée à la variance des coefficients du modèle (cette dernière est en partie due à l'incertitude d'étalonnage).

Dans le cas des thermomètres à résistance de platine ou des couples thermoélectriques, le modèle mathématique du comportement du capteur est bien connu et fait l'objet de documents normatifs. Ce modèle mathématique exprime la "non-linéarité" du capteur idéal.

La méthode préconisée consiste donc à utiliser la méthode des moindres carrés pour modéliser les corrections par rapport à l'équation théorique du capteur "idéal" (exemple : ΔR en fonction de R de la norme NF EN 69751). Ainsi, l'erreur liée à l'adaptation du modèle mathématique au comportement du capteur est nulle, par construction. Les non linéarités du capteur idéal étant portées par l'équation théorique, le modèle résiduel, qui reflète le comportement du capteur par rapport au capteur idéal, peut être considéré comme :

- linéaire dans le cas d'un thermomètre à résistance de platine ;
- polynomial, de degré inférieur ou égal à 3, dans le cas des couples thermoélectriques.

Note : la modélisation de l'erreur par rapport à la grandeur délivrée par le capteur (tension, résistance, fréquence) donne des modèles généralement plus linéaires que les modèles calculés par rapport à la grandeur "température".

Une méthode alternative consiste à réaliser une modélisation "directe" de la température en fonction de la résistance ou de la *f.e.m.* Dans ce cas, il est nécessaire d'estimer les deux composantes de l'erreur de modélisation : l'erreur du modèle par rapport au modèle théorique, d'une part, et la variance des coefficients du modèle, d'autre part.

Quelle que soit la méthode (moindres carrés, pondérés ou non, etc.), l'observation des résidus est une étape indispensable pour juger de l'adéquation du modèle. Les résidus étant calculés, une méthode simple et robuste pour déterminer l'incertitude-type de modélisation est de quantifier la dispersion de ces résidus, soit par une méthode de type A (si le nombre de résidus le permet), soit par une méthode de type B, en associant une loi de distribution uniforme au résidu le plus grand (en valeur absolue).

Remarque : le paragraphe « Modélisation » ne s'applique pas à l'étalonnage d'une sonde à résistance de platine répondant aux critères définis dans l'Echelle Internationale de Température de 1990 et pour laquelle la fonction d'interpolation associée est bien établie.

Exemple :

La relation d'étalonnage d'un thermomètre Pt100 est établie à partir des corrections de résistance, consignés dans le tableau suivant :

N° Point	Température de référence °C	Résistance de référence Ω	Résistance lue Ω	Correction de résistance Ω	Incertitude d'étalonnage (k=2) °C
Colonne 1	Colonne 2	Colonne 3	Colonne 4	Colonne 5	Colonne 6
1	-39,99	84,275	84,265	0,010	0,04
2	-19,98	92,168	92,144	0,024	0,04
3	0,00	100,000	99,980	0,020	0,02
4	25,04	109,750	109,718	0,032	0,03
5	50,01	119,401	119,374	0,027	0,04

Une droite de régression aux moindres carrés est construite pour modéliser la correction de résistance (colonne 5) en fonction de la résistance lue (colonne 4).

L'équation de la droite est :

- $C = 0,00047 \times R_{lu} - 0,02499$

Les résidus sont calculés dans le tableau suivant :

N° Point	Résistance lue Ω	Correction de résistance Ω	Correction modélisée $C = 0,00047 \times R_{lu} - 0,02499$ Ω	Résidus Ω
Colonne 1	Colonne 2	Colonne 3	Colonne 4	Colonne 5
1	84,265	0,010	0,015	0,005
2	92,144	0,024	0,018	-0,006
3	99,980	0,020	0,022	0,002
4	109,718	0,032	0,027	-0,005
5	119,374	0,027	0,031	0,004

Le plus grand des résidus, en valeur absolue, est 0,006 (point n°2).

La conversion de résistance en température est réalisée par inversion du polynôme de la norme NF EN 69751, de sorte que la composante correspondant à l'adaptation du modèle mathématique au comportement du capteur est nulle.

L'incertitude-type de modélisation est alors :

- $u_{\text{modélisation}} = \frac{0,006}{\sqrt{3}} \approx 0,0035 \Omega$ soit $\approx 0,01^\circ\text{C}$

7.4 Homogénéité du milieu de comparaison

La détermination de l'homogénéité est décrite dans le fascicule de documentation FD X 07-028. Le paragraphe 9.4.2.2. de ce fascicule présente une méthode simplifiée de calcul de l'incertitude-type liée à l'homogénéité du milieu de comparaison. La formule indiquée est la suivante :

$$\bullet u_h^2 = \frac{(\max(T_{\max} - T_{\min}))^2}{12}, \text{ soit } u_h = \frac{\max(T_{\max} - T_{\min})}{2\sqrt{3}}$$

L'hypothèse implicite de cette formule est que l'écart maximal de température « $\max(T_{\max} - T_{\min})$ » est symétrique par rapport au lieu géométrique de la température de référence.

Si la température de référence est déterminée par un thermomètre étalon, cela signifie par exemple que l'on considère que ce dernier est systématiquement placé à la position correspondant précisément à la température moyenne du milieu et que les excursions de température sont symétriques par rapport à cette position.

Si ce n'est pas le cas, il convient de considérer que les excursions maximales de température ne sont pas nécessairement symétriques, ce qui conduit à calculer l'incertitude-type par la relation :

$$\bullet u_h = \frac{\max(T_{\max} - T_{\min})}{\sqrt{3}}$$

7.5 Particularités pour les couples thermoélectriques

7.5.1 Prise en compte des hétérogénéités des couples thermoélectriques

Pour des couples thermoélectriques ayant été soumis à des pollutions, des contraintes mécaniques (forte torsion par exemple) ou des transformations métallurgiques internes, l'incertitude liée aux hétérogénéités peut être prépondérante dans le bilan d'incertitude final.

La prise en compte de cette incertitude permet de quantifier l'influence d'une hétérogénéité du couple thermoélectrique dans les conditions d'étalonnage.

Détection des zones du couple affectées de fortes hétérogénéités

Pour détecter les zones du couple affectées de fortes hétérogénéités, il faut modifier localement le profil de température sur toute la longueur du thermocouple. Pratiquement, si le couple est de faible longueur (moins de 2 m), l'opérateur pourra déplacer une source de chaleur ponctuelle sur toute sa longueur, tout en maintenant les jonctions de mesure et de référence à température constante. Les variations de la *f.e.m* délivrée (V_E) révéleront les zones du couple qui présentent des hétérogénéités. Si le couple est de grande longueur, l'opérateur se limitera à réaliser ce test dans les zones qui sont soumises à un gradient de température important lors de l'étalonnage.

Les informations obtenues lors de ce test sont purement qualitatives, néanmoins elles permettent à l'opérateur d'éviter autant que possible que les zones détectées ne se situent dans une région de forte variation de température lors de l'étalonnage (sortie du four par exemple). Cette étude demande une disponibilité de l'opérateur et un équipement spécifique disponible dans peu de laboratoires, toutefois elle permet de réduire notablement la valeur de la composante d'incertitude liée à la présence d'hétérogénéités.

Estimation expérimentale de la composante d'incertitude associée aux défauts d'homogénéité : hétérogénéité

Lors de l'étalonnage par comparaison d'un couple thermoélectrique, il est nécessaire d'estimer une composante d'incertitude liée à l'hétérogénéité du couple thermoélectrique dans le bilan d'incertitude final.

Pour estimer expérimentalement la valeur de cette composante, une méthode simple consiste à modifier de quelques centimètres (généralement 2 cm) l'immersion du couple à étalonner et du thermomètre étalon dans le générateur à la température d'étalonnage la plus élevée (T_{max}). La variation de la *f.e.m* observée (ΔV_E) est utilisée pour quantifier à la fois la composante d'incertitude liée aux hétérogénéités et celle associée aux éventuelles fuites thermiques. La plus grande différence de *f.e.m* observée devra être prise en tant que demi-largeur d'une distribution uniforme et divisée par $\sqrt{3}$ pour établir l'incertitude type. L'opérateur devra avoir auparavant quantifié les éventuels défauts d'homogénéités du thermomètre étalon utilisé pour cette estimation expérimentale.

$$\bullet u_{\text{hétérogénéité +fuites thermiques}} = \frac{\Delta V_E}{\sqrt{3}}$$

Aux autres températures (T_i) l'incertitude est estimée par

$$\bullet u_{\text{hétérogénéité}} = \frac{\Delta V_E}{\sqrt{3}} \times \frac{T_i}{T_{max}}$$

Dans le cas de l'utilisation d'un couple étalon (cas du four haute température), cette méthode suppose qu'il soit exempt de défaut d'homogénéité, ou bien que l'impact des défauts existants soit connu à la température considérée et pour l'immersion appliquée.

Lors de l'utilisation du couple thermoélectrique étalonné, les résultats d'étalonnage ne seront utilisables que pour les immersions indiquées dans son certificat d'étalonnage. Dans le cas de l'utilisation d'un four, un schéma de principe du four d'étalonnage, côté, et présentant son profil thermique à une température spécifiée, devra être inclus dans le certificat d'étalonnage.

Si le laboratoire souhaite dissocier les composantes d'incertitude liées aux hétérogénéités et aux fuites thermiques il pourra exploiter les résultats d'essais identiques réalisés avec des couples neufs,

- de même nature que le couple en étalonnage (thermoéléments et gaine)
- de dimensions géométriques strictement identiques
- de même technologie.

Les couples neufs présentent généralement peu de zone hétérogène ; en comparant les variations de *f.e.m* observées avec des couples neufs et avec le couple en étalonnage, l'opérateur pourra évaluer individuellement chacune des composantes. Les résultats des essais portant sur les couples neufs devront être archivés et périodiquement confirmés.

Intégration d'une composante forfaitaire

Dans les cas où le laboratoire ne souhaite pas mettre en œuvre une méthode expérimentale pour évaluer cette composante d'incertitude, il devra intégrer dans son bilan d'incertitude une composante forfaitaire fixée à partir d'informations étayées issues de la bibliographie ou appliquer les recommandations émises dans des documents reconnus tels que le fascicule de documentation AFNOR FDX 07-029-2 et le guide EURAMET/cg-08

Note : Le laboratoire reste libre de mettre en œuvre d'autres méthodes pour évaluer la valeur de la composante d'incertitude associée à la présence de zones hétérogènes affectant le couple en étalonnage, à condition qu'il puisse en démontrer la pertinence.

7.5.2 Jonction de référence

La jonction froide est normalement placée à 0 °C. Plusieurs méthodes peuvent être utilisées :

- glace fondante ;
- générateur de température de soudure froide :
 - bain thermostaté avec sonde de référence de mesure de la température de la jonction,
 - boîte de jonction de référence (cf. paragraphe 9.2).

Remarque : Un couple thermoélectrique peut être étalonné avec sa jonction froide à 0 °C ou à une température connue différente de 0 °C. Dans ce dernier cas il convient que :

- le laboratoire précise dans le certificat d'étalonnage la température à laquelle était placée la jonction froide ;
- le laboratoire effectue les corrections nécessaires afin de ramener les valeurs obtenues aux valeurs correspondant à un étalonnage avec jonction froide à 0°C

7.5.3 Câble de compensation et d'extension et connectique

Dans le cas où une connectique ou un câble appartenant au laboratoire est nécessaire pour raccorder le capteur à l'instrument de mesure, les éléments rajoutés doivent être caractérisés ou étalonnés.

Les résultats de l'étalonnage correspondent à la somme des *f.e.m* délivrées :

- par le couple thermoélectrique en étalonnage placé entre la température d'étalonnage et la température du connecteur faisant la liaison avec le câble d'extension ou de compensation ;
- par le câble d'extension ou de compensation, répondant à la norme, entre la température du connecteur et la température de jonction froide. Le câble utilisé par le laboratoire d'étalonnage doit donc être préalablement étalonné pour que la *f.e.m* qu'il délivre puisse être corrigée et ramenée à la *f.e.m* donnée par la table normalisée.

Par conséquent, il convient que l'utilisateur de l'instrument de mesure étalonné soit en mesure de connaître à la lecture du certificat, la température à laquelle se trouvait le connecteur du couple au moment de l'étalonnage pour être en mesure :

- de reproduire les mêmes conditions en utilisant son propre câble de compensation ou d'extension étalonné et ramené à la même table normalisée,
- de corriger, dans tous les autres cas, les *f.e.m* mesurées en utilisant la loi des métaux et des températures intermédiaires (l'utilisateur se rapportera utilement à l'article R2594 des techniques de l'ingénieur).

7.6 Particularités pour les sondes à résistance de platine

Une composante d'auto-échauffement doit être prise en compte ; sa valeur est différente selon que :

- le thermomètre est étalonné et utilisé dans un liquide,
- le thermomètre est étalonné dans un liquide et utilisé dans l'air.

Lorsque le thermomètre à résistance de platine est utilisé dans l'air, alors qu'il a été étalonné dans un liquide, l'utilisateur doit déterminer la composante d'auto-échauffement dans des conditions proches de l'utilisation (enceintes thermostatiques ou climatiques ventilées, réfrigérateurs ou congélateurs non ventilés, par exemple) ; en effet, cette composante dépend du courant d'alimentation du capteur et de la vitesse d'air autour de celui-ci : selon le cas, elle peut être plus ou moins importante (de l'ordre de 0,01 °C à plusieurs centièmes de degré, dans le cas le plus défavorable)

L'opérateur devra quantifier l'influence de l'auto-échauffement dans le milieu utilisé pour déterminer l'incertitude d'auto-échauffement :

$$\bullet \quad u_{\text{auto-échauffement}} = \frac{\Delta T_{\text{auto-échauffement}}}{\sqrt{3}}$$

7.7 Particularités pour les thermomètres à dilatation de liquide

Pour l'étalonnage des thermomètres à dilatation de liquide, il convient que le laboratoire formalise la manière dont il détermine les paramètres nécessaires à l'utilisateur pour calculer la correction de colonne émergente (pour les thermomètres à immersion partielle).

Concernant les thermomètres à immersion totale (au degré lu), il convient que le laboratoire tienne compte du fait que la faible partie de colonne émergente du liquide thermométrique au-dessus du bain (aussi faible soit elle) génère une composante d'incertitude qui devra être estimée.

Pour la composante liée à la dépression de zéro, le laboratoire se référera à l'annexe 1.

8- PRESENTATION DU BILAN DES INCERTITUDES

Pour chaque méthode, il convient que le laboratoire fasse apparaître dans la documentation technique :

- la liste des composantes d'incertitude identifiées (même celles qui seront estimées négligeables ultérieurement) et le modèle de mesure au sens du document EA 4-02 ;
- la méthode employée pour affecter une valeur à chacune des composantes. Si l'explication nécessite un développement important, il peut être renvoyé en annexe de la documentation technique ;
- le tableau récapitulatif des incertitudes-types identifiées et des valeurs obtenues selon le modèle du document EA 4-02 ou d'autres présentations synthétiques.

9- ETALONNAGES PARTICULIERS

9.1 Chaîne de mesure de température complète

Si un laboratoire est accrédité pour l'étalonnage du capteur seul (couple thermoélectrique ou sonde à résistance par exemple), ce laboratoire est autorisé à étalonner des chaînes complètes de mesure de température sous le couvert de son accréditation en tenant compte des caractéristiques de l'indicateur de la chaîne.

Si une chaîne complète est munie d'un capteur "exotique" (n'appartenant pas aux catégories de ceux couramment rencontrés), les laboratoires accrédités en température peuvent étalonner cette chaîne dans la limite de leur domaine d'accréditation et à la condition que le laboratoire soit capable d'évaluer l'incertitude associée à ce capteur "exotique" (une disposition doit exister pour encadrer cette situation : identification des capteurs concernés, tests complémentaires à réaliser, mode de calcul de l'incertitude, etc.). La portée d'accréditation doit être dans ce cas du FLEX 3 (Cf. paragraphe 5).

9.2 Boîte de jonction de référence pour couple thermoélectrique

a) Descriptif rapide

Ce dispositif est un générateur de température à consigne fixe (0 °C par exemple) possédant un (ou plusieurs) puits central(aux). Il possède parfois des borniers de connexion adaptés aux différents couples thermoélectriques normalisés. Dans ce cas, des fils d'extension, de compensation, ou de cuivre permettent l'interface entre les borniers et les puits à l'intérieur même de la boîte.

b) Recommandations pour l'étalonnage

Ces dispositifs, dès lors qu'ils possèdent une reproductibilité de mise en œuvre suffisante, sont assimilables à des mesures matérialisées au sens du V.I.M. Dans ces conditions, ils doivent être étalonnés.

Étant données les caractéristiques de ces dispositifs, les conditions spécifiées lors de l'étalonnage doivent être aussi proches que possible des conditions d'utilisations réelles. La procédure utilisée doit être proposée parmi les méthodes d'étalonnage présentées dans la documentation technique et le laboratoire doit demander explicitement l'accréditation pour ce type de matériel.

Il n'est pas nécessaire d'établir un tableau présentant les meilleures incertitudes d'accréditation. L'incertitude minimale est celle obtenue à 0 °C (au point de glace fondante) ou celle obtenue dans le cadre d'un étalonnage par comparaison.

En cas d'accréditation, l'annexe technique à la convention d'accréditation comporte la mention suivante ou toute autre mention équivalente :

« Le laboratoire est accrédité pour l'étalonnage des « boîtes de jonction de référence à 0 °C pour couple thermoélectrique » dans la limite stricte de ses possibilités d'étalonnage et en dégradant l'incertitude en fonction des caractéristiques propres de ces instruments ».

9.3 Four d'étalonnage portable

a) Descriptif rapide

Ce dispositif est un générateur de température à consigne variable possédant un (ou plusieurs) puits central(aux) et d'une instrumentation de mesure (indicateur de température numérique et associé).

L'indicateur numérique permet parfois de connecter des sondes supplémentaires pour servir d'instrument de mesure lors des étalonnages. Lorsque le laboratoire demande l'accréditation pour

ce type de matériel, la procédure utilisée doit être proposée parmi les méthodes d'étalonnage présentées dans la documentation technique du laboratoire.

b) Recommandations pour l'étalonnage

Ces dispositifs, dès lors qu'ils possèdent une reproductibilité de leur mise en œuvre suffisante, sont assimilables à des mesures matérialisées au sens du V.I.M. Dans ces conditions, ils doivent être étalonnés.

Étant données les caractéristiques de ces dispositifs, il est nécessaire de procéder à l'étalonnage de ces fours avec un thermomètre étalon placé dans l'un des puits que l'on identifiera dans les conditions spécifiées de l'étalonnage, et en étudiant particulièrement la reproductibilité de la mise en œuvre du dispositif (extinction du four entre deux séries de mesures) et sa stabilité. Les caractéristiques géométriques de l'étalon (longueur, diamètre, nature de la gaine, longueur de l'élément sensible...) et les conditions lors de l'étalonnage (présence d'un liquide de contact ou d'un bloc, température ambiante...) seront précisément spécifiées.

Il n'est pas nécessaire d'établir un tableau présentant les meilleures incertitudes d'accréditation. L'incertitude minimale est celle obtenue dans le cadre d'un étalonnage par comparaison.

En cas d'accréditation, l'annexe technique à la convention d'accréditation comporte la mention suivante ou toute autre mention équivalente :

« Le laboratoire est accrédité pour l'étalonnage de « mini-four d'étalonnage portable (temperature calibrator en anglais) » dans la limite stricte de ses possibilités d'étalonnage et en dégradant l'incertitude en fonction des caractéristiques propres de ces instruments ».

Le certificat d'étalonnage devra contenir les renseignements suivants (consensus établi entre experts en température au sein d'EA (European co-operation for Accreditation)) :

- résultat de test de reproductibilité,
- insert(s) utilisé(s) pour l'étalonnage et dimension de l'élément sensible,
- insert(s) utilisé(s) lors de l'étalonnage avec leur configuration et leur orientation (nombre de trou, diamètre),
- conditions d'ambiance,
- calorifugeage du four et/ou du bloc,
- milieu de transfert thermique si nécessaire (liquide de couplage, ...),
- temps de mise en régime,
- résultat du test d'immersion du thermomètre et du bloc,
- orientation de l'objet (vertical ou horizontal),
- ordre des mesures effectuées,
- incertitudes,
- la phrase suivante ou toute autre mention équivalente :

«L'attention des utilisateurs est portée sur le fait que le thermomètre utilisé lors de l'étalonnage intègre le profil de température dans le puits d'insertion du four sur la longueur de son élément sensible. D'autre part, la nature et la géométrie du thermomètre modifient le profil thermique dans le puits d'insertion.»

Il est demandé d'ajouter la mention suivante ou toute autre mention équivalente :

«Ces résultats ne concernent que la température matérialisée par le four dans les conditions spécifiées définies au paragraphe X de ce certificat.»

L'indicateur numérique intégré au dispositif est parfois utilisé pour afficher la réponse en température d'un thermomètre branché sur celui-ci. Dans ce cas, l'indicateur peut être étalonné par simulation électrique. Le laboratoire doit alors être accrédité pour ce type d'étalonnage.

Si l'indicateur de température du dispositif peut être utilisé comme moyen de mesure pour un thermomètre externe et si l'étalonnage par simulation électrique n'a pas été effectué, le certificat

d'étalonnage doit clairement préciser que l'indicateur n'est pas étalonné par la phrase-type suivante ou toute autre mention équivalente :

«L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que l'indicateur numérique associé à ce four (et que l'on peut utiliser de façon autonome pour connecter des capteurs externes) n'est pas étalonné.»

Le certificat d'étalonnage devra clairement mentionner en annexe les composantes d'incertitude non estimées lors du calcul d'incertitude d'étalonnage et susceptibles d'influencer l'incertitude sur la température matérialisée lorsque les conditions d'utilisation du dispositif diffèrent des conditions spécifiées lors de l'étalonnage.

L'étude des grandeurs d'influence spécifique à ces dispositifs comme l'homogénéité axiale du four, l'écart de température entre les différents puits, le type d'ancrage thermique (fluide, bloc ou nature du thermomètre) ainsi que l'effet de la température ambiante, par exemple, peut être effectuée en complément par une caractérisation supplémentaire qui peut faire l'objet d'un rapport d'essai ou de caractérisation.

L'annexe suivante devra être jointe au certificat d'étalonnage :

ANNEXE : LISTE DE QUELQUES GRANDEURS D'INFLUENCE SUSCEPTIBLES D'AFPECTER L'INCERTITUDE SUR LA TEMPERATURE MATERIALISEE PAR LE FOUR (exemple)

L'incertitude d'utilisation du four se déduit de l'incertitude d'étalonnage qui devra être dégradée en fonction de l'influence des caractéristiques particulières d'utilisation du four énumérées dans le tableau suivant :

Reproductibilité à long terme	NON INCLUSE DANS L'INCERTITUDE D'ETALONNAGE
Étude de l'homogénéité le long du (des) logement(s)	NON INCLUSE DANS L'INCERTITUDE D'ETALONNAGE
Étude de l'écart maximum mesuré entre deux logements quelconques du four	NON APPLICABLE (un seul logement disponible dans le bloc fourni)
Étude de l'influence du contact thermique entre un thermomètre et les logements du four	NON INCLUSE DANS L'INCERTITUDE D'ETALONNAGE
Étude de l'influence de la géométrie des thermomètres sur la mesure matérialisée	NON INCLUSE DANS L'INCERTITUDE D'ETALONNAGE
Étude de l'influence de l'insertion de différents blocs d'égalisation thermique dans les logements du four	NON APPLICABLE (four livré avec un seul bloc)
Étude de l'influence de la température ambiante sur les caractéristiques du four	NON INCLUSE DANS L'INCERTITUDE D'ETALONNAGE

9.4 Etalonnage par simulation électrique

Pour ce type d'étalonnage, il est recommandé d'appliquer le contenu de l'annexe 2 de ce document ou le document EURAMET/cg-11.

9.5 Capteurs autonomes

Les capteurs autonomes sont des capteurs sans fil qui peuvent être utilisés facilement dans des environnements fermés (enceintes climatiques, thermostatiques, incubateurs, réfrigérateurs, congélateurs, etc.), ou dans des environnements climatiques.

9.5.1 Généralités

Il existe plusieurs types de capteurs autonomes (les plus anciens étant les thermomètres enregistreurs avec rouleau papier fonctionnant à la journée, à la semaine ou au mois).

Les capteurs utilisés actuellement sont équipés d'un système autonome qui permet :

- soit par un enregistrement interne, dont la durée et le cycle de mesure peuvent être programmés,
- soit par onde radio – fréquence (ou autre principe équivalent) permettant de récupérer et centraliser l'information donnée par le capteur de mesure,

Le signal de mesure sera exploité en direct ou en différé par une centrale de mesure externe, pouvant exploiter un à plusieurs capteurs simultanément selon les modèles.

On rencontre plusieurs types de capteurs autonomes :

- Les modèles « ambiances » qui ne peuvent pas être étalonnés dans un liquide (le capteur n'étant pas immergeable),
- Les modèles immergeables, qui peuvent être étalonnés dans un liquide et utilisés dans l'air,
- Les thermomètres « iButton » ou « thermo bouton » ont la forme d'une pastille d'un diamètre d'environ 15 mm et d'épaisseur 5 mm. Ces thermomètres sont composés d'un capteur à semi-conducteur intégré associé à un bus de contrôle 1 fil ("one-wire") ou 2 fils ("two-wires"). Ces dispositifs sont utilisés pour enregistrer la température sur de longues périodes.

Quelques caractéristiques :

- Ces capteurs à semi-conducteur ont une réponse linéaire sur un faible domaine de température (-40°C / 120 °C).
- Même si la température affichée sur le terminal est au centième de degré Celsius, la résolution de ces dispositifs est liée au convertisseur analogique/numérique, cette résolution est configurable en fonction du domaine de température. Par exemple, pour une même étendue de mesure, une conversion de la température sur 9 Bits implique une résolution de 0,5 °C tandis qu'une conversion de la température sur 13 Bits conduit à une résolution de 0,03125 °C.
- Chaque thermomètre possède une adresse physique unique, gravée dans la puce lors de sa fabrication.
- La période d'acquisition des mesurages peut être configurée (de 1 seconde à 273 heures), le nombre de mesurages enregistré est variable (4096, 8192, etc.).

Une horloge temps réel est intégrée et permet d'effectuer un histogramme des températures. Le capteur avec système 1-fil, permet de connecter et de faire dialoguer entre eux des thermomètres sur un seul fil. Ce système utilise un seul récepteur qui pourra dialoguer avec un ou plusieurs capteurs.

9.5.2 Recommandations pour l'étalonnage des thermomètres autonomes

- Lors de l'étalonnage, la température est enregistrée dans une mémoire du thermomètre, cette mémoire est ensuite lue par un système récupérant les données. Il faut donc s'assurer de la fréquence et du temps d'acquisition afin de faire correspondre la température étalon et la température enregistrée dans la mémoire du thermomètre.
- Pour certains modèles, il est possible de connecter plusieurs capteurs sur le circuit du système récupérant les données. Dans ce cas, l'adresse physique de chaque thermomètre doit être absolument maîtrisée et tracée.

- Généralement, ces thermomètres sont utilisés pour mesurer la température de l'air (pièce climatisée, réfrigérateur, caisson réfrigéré, etc.), l'étalonnage doit être réalisé dans un milieu d'échange identique, idéalement dans une enceinte thermostatique caractérisée. Toutefois, si le thermomètre est immergeable, il est envisageable de l'étalonner dans un liquide, il sera alors nécessaire de calculer la dégradation dans l'air.
- Il conviendra de préciser, dans le certificat, que l'étalonnage en température ne donne aucune information sur la qualité de l'horloge interne, ni sur son exactitude.
- La composante d'incertitude de résolution est prépondérante, elle doit être maîtrisée.
- Le positionnement géométrique du capteur à l'intérieur du thermomètre n'est généralement pas connu ; en conséquence il conviendra de considérer l'ensemble du thermomètre comme un capteur.

9.5.3 Incertitudes

Chaque fois que cela est possible, il conviendra de se procurer une documentation complète du thermomètre autonome Cette documentation décrit :

- le domaine de température ;
- la configuration de la résolution ;
- la fréquence et le temps d'acquisition ;
- le type de capteur utilisé (pt 100 Ω , transistor, diode, quartz, etc.).

Ces thermomètres doivent être considérés comme des chaînes de mesure de température. Les composantes d'incertitude liées au milieu de comparaison (bain thermostaté, enceinte thermostatique ou climatique), au thermomètre étalon (étalonnage, dérive entre deux étalonnages, interpolation, etc.), à la résolution des thermomètres, à la répétabilité, etc. seront déterminées de la même manière que celles décrite dans le paragraphe 7 de ce document.

10-CARACTERISATION DES MOYENS D'ETALONNAGE

10.1 Raccordements des moyens de référence

Il convient que le laboratoire établisse une liste de tous ses moyens d'étalonnage, précisant les périodicités de raccordement, suivant le modèle présenté ci-après ("Modèle de tableau de raccordements internes/externes"). Ce tableau sera géré, en interne, par le laboratoire et facilitera l'évaluation du laboratoire par les auditeurs du Cofrac.

La liste comportera au moins les moyens suivant, s'il y a lieu :

- thermomètres étalons,
- points fixes de température,
- générateurs,
- boîtes de jonction,
- câbles de compensation,
- instruments, etc.

Désignation de l'appareil Constructeur	Type et N° de série de l'appareil	Périodicité	Date de l'avant dernier raccordement	Date du dernier raccordement	Nom de l'organisme ayant fait l'étalonnage + n° d'accréditation

Date d'enregistrement

Modèle de tableau de raccordements internes/externes

Pour ce qui concerne la boîte de jonction de référence : conformément aux dispositions du paragraphe 5.5.2 de la norme NF EN ISO/CEI 17025, le laboratoire doit assurer la traçabilité de ces dispositifs pour réaliser des étalonnages avec ces instruments.

Pour ce faire, il peut :

- disposer d'un étalonnage de la boîte de jonction de référence (dans un laboratoire accrédité),
- étalonner et caractériser en interne ce dispositif.

10.2 Caractérisation des générateurs de température

Conformément aux dispositions du paragraphe 5.5.2 de la norme NF EN ISO/CEI 17025, les générateurs de température (bain, four, ...) doivent faire l'objet d'une caractérisation thermique (stabilité, homogénéité radiale et axiale, etc.).

Cette caractérisation est faite périodiquement (la périodicité est à définir par le laboratoire) pour tenir compte des modifications dans le temps des caractéristiques thermiques du générateur. Dans tous les cas, il convient que la caractérisation thermique soit faite après chaque intervention qui modifierait les caractéristiques thermiques du générateur (changement de la résistance de chauffage, modification des paramètres du régulateur, utilisation de fluides de caractéristiques différentes, etc.).

Il convient de maîtriser la qualité du fluide en mettant en place des indicateurs adaptés.

La caractérisation des générateurs de température peut se faire en deux étapes :

- une caractérisation complète avec une périodicité donnée,
- une caractérisation restreinte (quelques points caractéristiques du comportement du générateur) avec une périodicité réduite.

11-PARTICIPATION AUX COMPARAISONS INTERLABORATOIRES

La participation à des comparaisons permet aux laboratoires accrédités ou demandant à être accrédités d'assurer la qualité de leurs résultats et de démontrer leur compétence dans leurs domaines d'activité. Les comparaisons interlaboratoires sont un des outils fiables et performants pour atteindre ce but car elles permettent :

- d'assurer la qualité des résultats des prestations délivrées par le laboratoire ;
- de contribuer à démontrer sa compétence tout en étant un outil de progrès.

Les laboratoires accrédités ou demandant à être accrédités doivent disposer d'une politique documentée relative à leur participation aux comparaisons interlaboratoires.

Les résultats issus des comparaisons doivent être exploités, enregistrés et conservés en fonction des instructions précisées par le système qualité du laboratoire.

Il demeure de la responsabilité du laboratoire de déterminer sa fréquence de participation pour couvrir, dans un cycle d'accréditation, l'ensemble des domaines d'activités liées à sa portée d'accréditation.

Pour toute extension à un nouveau domaine, la participation à des essais d'intercomparaison est un préalable à la recevabilité de l'extension.

On peut distinguer trois types de comparaisons :

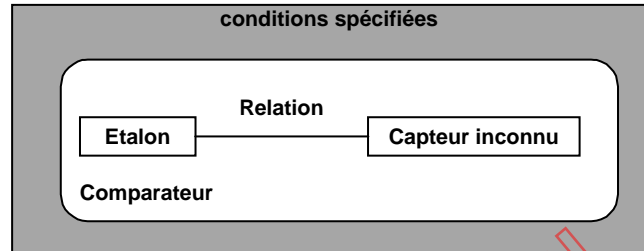
- a) les comparaisons nationales, pilotées par un organisateur de comparaisons interlaboratoires accrédité ;
- b) les comparaisons internationales organisées dans le cadre des accords multilatéraux de reconnaissance par EA ou APLAC par exemple ;
- c) les comparaisons organisées par le laboratoire lui-même : lorsqu'aucun programme de comparaison n'est organisé au niveau national ou international dans un domaine spécifique, il appartient au laboratoire d'organiser lui-même une intercomparaison avec au moins un autre laboratoire accrédité. Dans ce cas les règles suivantes devront être respectées :
 - le laboratoire devra rechercher un ou plusieurs laboratoires accrédités pratiquant la prestation, objet de la comparaison, avec un niveau d'incertitude compatible avec son propre niveau d'incertitude ;
 - le protocole de la comparaison devra être rédigé et accepté par tous les participants avant que la phase expérimentale soit engagée ; ce protocole devra en particulier définir la méthode de traitement des résultats et l'indicateur de performance (écart normalisé, score Z, etc.) ;
 - les précautions à respecter lors du transport de l'instrument d'un laboratoire à un autre devront être précisées dans le protocole et appliquées ;
 - le laboratoire organisateur devra s'assurer de la stabilité pendant toute la durée de la comparaison du support de comparaison ;
 - les résultats des laboratoires participant devront être documentés (l'émission d'un certificat d'étalonnage est recommandée). Ces résultats devront rester confidentiels jusqu'au terme de la phase expérimentale ;
 - le laboratoire organisateur rédigera un rapport de comparaison succinct qui sera envoyé à tous les participants.

Si dans un domaine de température particulier la participation du laboratoire à une intercomparaison n'est pas possible (exemple : il n'existe pas d'autre laboratoire réalisant la même prestation avec un même niveau d'incertitude), le laboratoire devra être en mesure de justifier son absence de participation. Il devra également démontrer qu'il a mis en œuvre d'autres moyens pour établir sa compétence et assurer la cohérence de ses résultats

12-RECOMMANDATIONS POUR LES ETALONNAGES SUR SITE

La définition d'un étalonnage donnée dans le V.I.M. est la suivante :

Ensemble des opérations établissant, dans des conditions spécifiées, la relation entre les valeurs de la grandeur indiquée par un appareil de mesure ou un système de mesure ou les valeurs représentées par une mesure matérialisée ou par un matériau de référence et les valeurs correspondantes de la grandeur réalisée par des étalons.



Au sens de cette définition, les différences entre l'étalonnage en laboratoire fixe et l'étalonnage sur site sont liées à la maîtrise des **conditions spécifiées de l'étalonnage et la connaissance des caractéristiques du comparateur.**

Par principe, ce type d'étalonnage s'appuie sur une diversité de situations et de conditions qu'il semble impossible de formaliser. L'utilisation de comparaisons interlaboratoires est d'autre part limitée et ne permet plus la qualification des laboratoires. Les organismes procédant à des étalonnages sur site sont accrédités en fonction de leur compétence propre à étudier précisément les moyens techniques et les procédures de surveillance mise en place par leurs soins sur le terrain pour assurer la traçabilité sans défaillance.

Dans le cadre de l'accréditation sur site, le laboratoire doit bien connaître les conditions expérimentales avant de procéder à un étalonnage (nature des capteurs, nature du fluide de contact, couplage thermique étalon/capteur, fonctionnement du processus, etc.). Ces points devront être définis dans la revue de contrat.

12.1 Évaluation des incertitudes sur site

La procédure d'évaluation des incertitudes sur site et de la dégradation en fonction de l'environnement doit être rédigée et fournie dans la documentation technique. Cette procédure devra être complétée avec des exemples d'étalonnage-type représentatifs que le laboratoire souhaite inclure dans ses possibilités d'étalonnage sur site.

12.2 Le personnel

12.2.1 Qualification du personnel

Le personnel intervenant sur site doit être informé des tâches spécifiques aux prestations sur site. La procédure de qualification doit intégrer ces particularités.

Il convient que les opérateurs sur site disposent de la compétence technique nécessaire pour l'interprétation du poids des grandeurs d'influence.

Il est impératif que les enregistrements relatifs à la qualification correspondent à des prestations représentatives de l'activité habituelle du laboratoire.

Le responsable technique qui assure et valide la qualification du personnel susceptible d'intervenir sur site dans le cadre de l'accréditation doit avoir des compétences techniques liées aux activités sur site.

12.2.2 Surveillance de la qualification du personnel

Compte tenu de la spécificité des activités sur site, le laboratoire mettra en place un processus interne de surveillance technique (personnel, moyen, procédure, etc.) effectué sur site.

12.3 Traçabilité des étalonnages sur site

12.3.1 Paramètres d'influence

Le laboratoire doit définir le domaine des conditions ambiantes dans lequel il intervient. Il doit faire la preuve qu'il a les possibilités de mesurer ces conditions ambiantes et qu'il a caractérisé son instrumentation sur l'étendue des conditions d'ambiance revendiquées.

Ces paramètres sont :

- la température ambiante,
- l'humidité relative de l'air,
- la tension d'alimentation des équipements,
- tout autre paramètre susceptible d'influer sur les mesures (pression, CEM, vibration, etc.).

L'influence de ces paramètres sur le comportement des étalons et des capteurs à étalonner doit être prise en compte dans l'incertitude d'étalonnage.

12.3.2 Moyens d'étalonnage

Les instruments utilisés dans le cadre d'un étalonnage sur site doivent faire l'objet d'une confirmation métrologique (étalonnage périodique ou étalonnage avant et après une campagne sur site) avec l'émission d'un certificat, ou suivre une procédure de surveillance mise en place par le laboratoire.

Le tableau de raccordement des étalons dédiés au site doit être présenté sur le modèle de tableau du paragraphe 10.1. Ces étalons doivent être repérés comme des étalons transportables sur site.

Les étalons à durée de vie réduite (petit capteur, couple exposé à de hautes températures, couple tordu pour accéder à des zones spécifiques, etc.) seront identifiés dans les tableaux de raccordements de manière générique par une phrase d'explication de type : « *des capteurs à durée de vie réduite sont gérés par la procédure xxx et la liste yyy* ». La traçabilité sera assurée par une fiche de vie, les certificats d'étalonnage et une fiche récapitulative des capteurs utilisés (avec date de mise en service, date de retrait, etc.) dont la référence pourra figurer dans la phrase d'explication.

Le schéma de raccordement et la traçabilité de ces étalons à durée de vie réduite seront documentés dans le système qualité.

Les conditions particulières de transport doivent être décrites.

12.3.3 Milieux de comparaison

a) Générateur transportable appartenant au laboratoire d'étalonnage

Le paragraphe 10 du présent document concernant la caractérisation périodique des générateurs de température s'applique en prenant en considération l'impact des conditions ambiantes enregistrées sur le site pendant la réalisation de la prestation d'étalonnage.

b) Installation industrielle

Deux cas se présentent :

1er cas : Le laboratoire a les moyens d'estimer la contribution du générateur de température sur l'écart constaté entre le capteur étalon et le capteur à étalonner.

Dans ce cas, l'édition d'un certificat d'étalonnage sous accréditation est possible dans la limite de la portée d'accréditation. L'incertitude d'étalonnage tient compte de la caractérisation réalisée.

La méthode utilisée pour évaluer cette contribution est formalisée au cas par cas avec l'enregistrement des valeurs relevées. Ce document devra être joint au relevé des données brutes relatives à cet étalonnage.

La phrase suivante devra figurer dans un certificat d'étalonnage relatif à une prestation sur site : "les caractéristiques spécifiques du générateur de température sont prises en compte dans l'incertitude d'étalonnage délivrée".

Le laboratoire devra mettre en place et tenir à jour un recueil des méthodes utilisées.

La référence à la méthode utilisée, avec un schéma, devra figurer dans les relevés de données brutes de l'étalonnage.

Les emplacements du capteur étalon et du capteur à étalonner devront être précisés dans le certificat d'étalonnage. Le schéma plus précis de la manipulation peut être documenté hors du certificat d'étalonnage, dans le recueil cité ci-dessus par exemple.

2nd cas : il n'y a pas de moyen de connaître la contribution du milieu de comparaison. Dans ce cas, le certificat d'étalonnage ne pourra pas être édité dans le cadre de l'accréditation.

12.4 Meilleures possibilités d'étalonnage sur site

Le tableau des meilleures possibilités d'étalonnage sur site sera présenté de manière similaire aux autres tableaux avec un titre précisant bien que ce tableau concerne l'étalonnage sur site (cf. le modèle 2 du paragraphe §. 5).

12.5 Comparaisons interlaboratoires

Des sites pilotes peuvent être mis en place afin de permettre des comparaisons interlaboratoires dans le cadre des accréditations pour l'étalonnage sur site.

A défaut ou en complément, des comparaisons interlaboratoires entre le laboratoire "site" et le laboratoire fixe peuvent également être mises en œuvre.

13-Particularités sur la présentation des résultats

13.1 Établissement d'un certificat d'étalonnage

Il est recommandé aux laboratoires de s'inspirer des exemples ci-dessous, en précisant au moins les éléments qui se trouvent dans les paragraphes suivants :

- la référence des instruments,
- le mode opératoire,
- et une mise en garde sur l'utilisation des résultats obtenus.

13.1.1 Exemple 1 : étalonnage d'un thermomètre à résistance de platine

Référence du thermomètre

Ce paragraphe décrit les caractéristiques du thermomètre à étalonner (n° de série, type, constructeur, etc.).

Mode opératoire

Ce paragraphe rappelle la méthode de mesure utilisée et les conditions spécifiées (caractéristiques de l'environnement, nature du matériel utilisé, procédé de mesure : profondeur d'immersion, etc.).

Par exemple :

“L'étalonnage a été effectué par comparaison à un thermomètre à résistance de platine étalon (étalonné par un Laboratoire National de Métrologie ou un laboratoire d'étalonnage accrédité) dans un bain d'eau... Les résistances ont été mesurées avec ... Le courant d'alimentation (alternatif ou continu) était de ...”

Résultats d'étalonnage

Les résultats sont présentés sous forme de tableaux pouvant être accompagnés de graphiques. Ce paragraphe présente les résultats de mesures et les incertitudes estimées pour permettre une exploitation aisée lors de l'utilisation.

Température d'étalonnage T90 (°C)	Résistance du Thermomètre (Ω)	Incertitude élargie (Ω)
0,00	25,0023	0,0004
100,02	35,0043	0,0008
0,00	25,0024	0,0004

Mise en garde

Ce paragraphe, qui peut être intégré aux résultats d'étalonnage, précise explicitement les éléments susceptibles de rendre inadaptés aux besoins de l'utilisateur les résultats présentés dans le cas où les conditions d'utilisation différeraient notablement des conditions d'étalonnage.

Il rappelle en outre que, lors de l'utilisation du thermomètre, certaines composantes sont à prendre en compte dans l'estimation d'incertitude :

- dérive de la réponse du thermomètre à résistance de platine qui vient d'être étalonné ;
- incertitudes liées aux instruments de mesures électriques utilisés ;
- conditions d'échanges thermiques différentes lors de l'étalonnage et lors de l'utilisation ;
- conditions d'échanges thermiques différentes lors de l'étalonnage et lors de l'utilisation ;
- répétabilité et reproductibilité, etc.

13.1.2 Exemple 2 : étalonnage d'un couple thermoélectrique

Référence de l'instrument

Ce paragraphe décrit les caractéristiques du couple thermoélectrique à étalonner (n° de série, type, constructeur, longueur du couple, etc.).

Mode opératoire

Ce paragraphe rappelle la méthode utilisée et les conditions spécifiées (caractéristiques de l'environnement, nature du matériel utilisé, procédé de mesure, profondeur d'immersion, etc.).

Par exemple :

“L'étalonnage a été effectué par comparaison à un couple thermoélectrique de type S (étalonné par un laboratoire d'étalonnage accrédité) dans un four muni d'un bloc ... Les f.é.m. ont été mesurées avec ... La jonction de référence du couple a été maintenue à 0 °C à l'aide de ...”

Résultats d'étalonnage

Les résultats sont présentés sous forme de tableaux pouvant être accompagnés de graphiques. Ce paragraphe présente les résultats de mesures et les incertitudes estimées pour permettre une exploitation aisée lors de l'utilisation.

Température d'étalonnage T90 (°C)	Force électromotrice mesurée (µV)	Incertitude (µV)
600	5 001,6	0,6
1 000	1 0066,4	1,2
1 100	1 1057,9	1,4

Le profil thermique le long des fils du couple thermoélectrique, dans le four et à la sortie du four, est à fournir à une température donnée de l'étalonnage, sous forme d'un graphique coté, et accompagné de la phrase suivante : *« l'utilisateur du couple thermoélectrique doit prendre garde au fait que les conditions d'utilisation de cet instrument peuvent différer des conditions spécifiées lors de l'étalonnage ; la figure ci-dessous donne la répartition des températures le long des fils du couple thermoélectrique au moment de l'étalonnage pour une température particulière ».*

La f.e.m délivrée par le couple thermoélectrique dépend des profils de température auxquels il est soumis. Le graphique présente les conditions de température lors de l'étalonnage. Si la répartition de la température le long du capteur est différente lors de son utilisation, l'utilisateur devra en tenir compte.

Mise en garde

Ce paragraphe, qui peut être intégré aux résultats d'étalonnage lorsque cela est nécessaire, précise explicitement les éléments susceptibles de rendre invalides les résultats présentés dans le cas où certaines conditions ne seraient pas remplies.

Il rappelle en outre que lors de l'utilisation du couple thermoélectrique, certaines composantes sont à prendre en compte dans le calcul d'incertitude :

- dérive de la réponse du couple thermoélectrique qui vient d'être étalonné ;
- incertitudes liées aux instruments de mesures électriques utilisés ;
- répétabilité et reproductibilité ;
- influences du profil de température appliqué aux couples lors de leurs utilisations sur les hétérogénéités.

Lors de l'utilisation d'un câble d'extension ou de compensation, la phrase suivante sera incluse dans le certificat d'étalonnage :

« L'étalonnage a été effectué à l'aide d'un câble de compensation ou d'extension étalonné appartenant au laboratoire accrédité, placé à la température ambiante identique à celle indiquée dans ce certificat d'étalonnage. Si l'utilisateur met en œuvre le couple thermoélectrique étalonné avec un câble de compensation ou d'extension lui appartenant, il convient qu'il prenne en compte les éléments relatifs à ce câble de compensation ou d'extension (correction, incertitude, ...) ou qu'il corrige dans tous les autres cas les f.é.m. mesurées en utilisant la loi des métaux et des températures intermédiaires».

13.2 Déclaration de conformité

Il est rappelé qu'une déclaration de conformité peut être incluse dans un certificat d'étalonnage ou faire l'objet d'un document à part que l'on appelle "*constat de vérification*" (cf. LAB Réf. 02).

13.2.1 Programme d'étalonnage

Il convient qu'un programme d'étalonnage minimum soit réalisé sur un instrument ou un capteur donné pour pouvoir déclarer la conformité de celui-ci à une spécification.

La déclaration de conformité est à effectuer à l'issue de l'étalonnage respectant les procédures accréditées, celles-ci pouvant inclure un réglage préalable. Si un réglage est effectué sur l'appareil, cette intervention doit être rapportée dans le document délivré, en précisant le mode de réglage et les résultats avant et après le réglage.

Les tableaux qui suivent constituent un guide comprenant des recommandations minimales pour la vérification de diverses familles d'instruments.

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI

Famille d'instruments à vérifier	Critères soumis à la vérification	Textes & Normes décrivant les spécifications et EMT La vérification peut être effectuée selon d'autres EMT (soit une spécification constructeur, soit définie contractuellement avec le client)	Compléments
Thermomètre à résistance de platine	Écart par rapport à la norme CEI 751	Tolérances CEI 751	Le domaine d'utilisation est à préciser dans le constat de vérification
Couples thermoélectriques normalisés dans la norme CEI 584-1 (cf. note)	Écart par rapport à la norme CEI 584-1	Tolérances norme CEI 584-2 (annexe 1)	Le domaine d'utilisation est à préciser dans le constat de vérification
Couples thermoélectriques tungstène-rhénium (cf. note)	Écart par rapport à la norme ASTM E 988-96	Tolérances ASTM E988-96 (annexe 2)	Le domaine d'utilisation est à préciser dans le constat de vérification
Câble d'extension et de compensation	Écart par rapport à la norme CEI 584-1	Tolérances norme CEI 584-3	Le domaine d'utilisation est à préciser dans le constat de vérification
Thermomètre à dilatation de liquide	Erreur de justesse du thermomètre + Erreur d'intervalle + déplacement du zéro	Série des normes NFB 35 50X ou Spécifications convenues avec l'utilisateur	
Chaîne de mesure de température, capteurs intelligents	Correction à ajouter aux lectures de la chaîne de mesure	Spécifications convenues avec l'utilisateur et défaut spécification constructeur	
Thermomètre pour les denrées périssables	Cf. norme NF EN 13485 et l'arrêté du 23 octobre 2009	Cf. norme NF EN 13485 et l'arrêté du 23 octobre 2009	
Thermomètres « régie »	Décret n°79-200 du 05/03/1979 + arrêté du 11/03/1979 Décret 84-948 du 19/03/1984 + arrêté du 11/12/1984	Décret n°79-200 du 05/03/1979 + arrêté du 11/03/1979 Décret 84-948 du 19/03/1984 + arrêté du 11/12/1984	Les EMT et les points de vérifications sont fixés unilatéralement par décret. Le décret en référence précise le laboratoire qui est habilité à effectuer ces vérifications en France.
Indicateur de température	Correction à ajouter à l'affichage de l'indicateur pour avoir une conversion identique aux capteurs normalisés	Spécifications convenues avec l'utilisateur et à défaut spécifications constructeur	
Simulateur de température	Correction à ajouter à l'indication du simulateur pour avoir une conversion identique aux capteurs normalisés	Spécifications convenues avec l'utilisateur et à défaut spécifications constructeur	
Four d'étalonnage portable et boîte de soudure (froide ou tiède)	Correction à ajouter à l'indication du four ou à la mesure de la température de la boîte	Spécifications convenues avec l'utilisateur et à défaut spécifications constructeur	Les points de mesures sont reproduits après l'extinction du dispositif.

Note : ce point ne concerne que les couples thermoélectriques seuls. Si l'instrument inclut des connecteurs et le cas échéant des câbles d'extension, les EMT sont à redéfinir.

La vérification peut être effectuée selon d'autres EMT (soit une spécification constructeur, soit définie contractuellement avec le client)

13.2.2 Modalités de délivrance du document spécifiant la déclaration de conformité d'un instrument de mesure ou d'une grandeur matérialisée en température

Une vérification porte sur un domaine de température ou sur un point de fonctionnement. Dans les deux cas, les modalités définies dans le tableau du paragraphe 13.2.1 s'appliquent.

La vérification porte sur la comparaison, à l'erreur maximale tolérée (EMT) :

- de l'erreur d'indication (Ej),
- ou de l'écart à un comportement normalisé de l'instrument de mesure,
- ou de la grandeur matérialisée (R) augmentée de son incertitude d'étalonnage élargie (U).

Lorsqu'une norme est utilisée, il convient que la dernière version de la norme en vigueur lors de l'émission du document spécifiant la déclaration de conformité soit utilisée. Si le laboratoire utilise une norme exprimée dans une échelle de température antérieure à l'EIT 90, les EMT doivent tenir compte des différents changements d'échelle.

Le document portant la déclaration de conformité ne peut être émis qu'au moment de l'étalonnage. Ainsi, la date de vérification et celle d'émission du document correspondent à la date ou période d'étalonnage.

Une date d'émission du document différente de la date ou période d'étalonnage est acceptée uniquement dans le cas où un laboratoire procéderait à la correction d'un original. Dans ce nouveau document, outre la mention ou autre mention équivalente «*Ce document annule et remplace le document n° ...*» sous l'en-tête du document, le laboratoire précise à la rubrique «*renseignements complémentaires*» la date d'émission du document remplacé.

Une rubrique «*renseignements complémentaires*» comporte, le cas échéant, les éléments suivants :

- le résultat de l'étalonnage avant ajustage, dans le cas où l'instrument de mesure (ou la grandeur matérialisée) a été ajusté ;
- la phrase-type si la conformité a été acceptée avec risque (cf. ci après).

Si la conformité avec risque est acceptée (accord préalable écrit avec le client requis) les dispositions suivantes s'appliquent :

- l'incertitude d'étalonnage doit être indiquée ;
- la déclaration de conformité doit être complétée, à la rubrique Renseignements complémentaires, par la phrase suivante : « La conformité ayant été déclarée avec risque, se reporter au certificat d'étalonnage annexé pour définir l'incertitude associée aux éléments du constat de vérification ».

Note 1 : Il est rappelé qu'une déclaration de conformité métrologique figurant dans un rapport émis sous accréditation ne constitue pas une déclaration de conformité liée à la sécurité de l'instrument.

Note 2 : La vérification doit inclure la vérification préalable de la conformité de la résistance d'isolement entre les conducteurs et la gaine. Les valeurs doivent être en conformité avec les valeurs préconisées dans les normes.

13.2.3 Contenu de la procédure relative à la délivrance des constats de vérification

Dans la procédure, il est recommandé aux laboratoires :

- de donner la liste des textes de référence qu'il utilise ;
- d'indiquer pour chaque texte :
 - les moyens utilisés (étalons, comparateur, ...),
 - le type et le nombre de comparaisons effectuées,
 - l'incertitude d'étalonnage qui en résulte ;

- de définir les conditions pour lesquelles il s'interdit de délivrer un document spécifiant la déclaration de conformité.

a) Textes de référence

Le laboratoire fournit, de manière exhaustive, les références des textes qu'il utilise pour établir des constats de vérifications. Par exemple : CEI 751 : 1983/A2 ; 1995.

b) Moyens utilisés

Il convient que le laboratoire indique, pour chaque texte de référence retenu, les générateurs et étalons utilisés.

c) Type et nombre de comparaisons effectuées

Il convient que le laboratoire indique, pour chaque texte de référence retenu, le type et le nombre de comparaison qu'il effectue en cohérence avec le tableau du paragraphe 13.2.1.

Si ces informations sont contenues dans un document spécifique (procédure d'étalonnage, fiche d'instruction de l'opérateur, ...), il y sera explicitement fait référence.

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI

ANNEXE 1 : Exemples d'exploitation et de présentation des estimations d'incertitude en thermométrie

A-1.1 Objet de l'annexe 1

Cette annexe constitue un guide pour les laboratoires sur la manière de présenter leur estimation d'incertitude. Il a pour objet de promouvoir une utilisation homogène des règles de présentation décrites dans les précédents chapitres.

Les exemples proposés dans cette annexe sont choisis pour illustrer une méthode d'évaluation des incertitudes de mesure conforme avec le document EA-4/02. Les exemples les plus représentatifs basés sur des modèles appropriés ont été développés par un groupe de travail d'experts du Cofrac.

L'annexe 1 présente trois exemples type de calcul d'incertitude sur lesquels les laboratoires peuvent s'appuyer, étant entendu que les incertitudes estimées et proposées à la suite ne sont que des exemples dont le chiffrage est réaliste mais qui dépendent de la procédure d'étalonnage et des caractéristiques du matériel utilisé et propres à chaque laboratoire :

1. étalonnage d'un thermomètre à dilatation de liquide permettant de déterminer la correction à appliquer aux lectures lors de l'utilisation ;
2. étalonnage d'une sonde à résistance de platine permettant de déterminer lors de l'utilisation la température associée à une mesure de résistance ;
3. étalonnage d'un couple thermoélectrique permettant d'établir un constat de vérification sur la base de la confrontation à une EMT donnée de l'écart de comportement entre le couple et une table de référence normalisée.

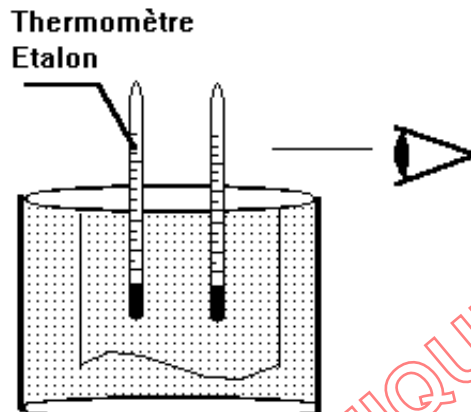
Les exemples sont présentés de la manière suivante :

- un titre descriptif,
- une description générale du principe d'étalonnage et des moyens mis en œuvre,
- un modèle pour l'évaluation des incertitudes avec la liste des symboles utilisés,
- les définitions des corrections du modèle et incertitudes associées,
- un bilan d'incertitude sous forme de tableau,
- l'incertitude élargie correspondante,
- la présentation du résultat final.

A-1.2 Exemple 1 : Etalonnage d'un thermomètre à dilatation de liquide par comparaison à une température de 100 °C dans un bain d'eau

L'exemple qui suit correspond à l'étalonnage d'un thermomètre à dilatation de liquide par comparaison, à une température de 100 °C.

Les paramètres résultant de l'étalonnage qui intéressent l'utilisateur sont les valeurs des corrections qu'il est nécessaire d'ajouter aux lectures du thermomètre étalonné pour effectuer des mesures les plus exactes possible.



Les lectures des thermomètres s'effectuent à l'œil nu ou avec une lunette. Un opérateur expérimenté interpole les lectures au cinquième de division. Les thermomètres sont immergés au degré lu (immersion totale). Cela signifie que, en principe, le haut de la colonne de liquide thermostatique est positionné à l'interface liquide/air ambiant. Pour des raisons pratiques et pour permettre la lecture, la colonne de liquide dépasse de quelques millimètres au-dessus de la surface du bain.

A-1.2.1 Matériel mis en œuvre

Instruments de référence : Le thermomètre étalon de référence est un thermomètre à dilatation de liquide gradué tous les 0,1 °C et raccordé aux étalons nationaux par un laboratoire accrédité en température par le Cofrac ou par l'un des organismes membre de l'accord multilatéral d'EA (dès lors que l'exploitation du certificat d'étalonnage le permet).

L'étalonnage a été réalisé au degré lu (immersion totale). Les lectures du thermomètre sont effectuées à l'œil nu par un opérateur apte à interpoler au cinquième de division.

Générateur de température : Le générateur de température est un bain liquide thermostaté. Le laboratoire a déterminé l'homogénéité et la stabilité en température du bain lors de sa première mise en œuvre. Le laboratoire vérifie une fois par an que ces caractéristiques n'ont pas évolué.

A-1.2.2 Méthode d'étalonnage

Cycle de mesure :

- 10 lectures sont effectuées sur le thermomètre de référence,
- 10 lectures sont effectuées sur le thermomètre à étalonner,
- 10 lectures sont effectuées de nouveau sur le thermomètre de référence.

Entre chaque lecture des thermomètres, l'opérateur « tapote » légèrement les thermomètres avec un crayon à papier afin de relaxer les contraintes internes à l'origine d'erreur de capillarité. La durée totale du cycle est d'environ 20 minutes.

Le thermomètre est étalonné à 0 °C (point de glace fondante) en début et en fin détalonnage afin de vérifier l'existence éventuelle d'une dépression du zéro.

A-1.2.3 Modèle des mesures

La correction C à ajouter aux lectures du thermomètre à étalonner (gradué tous les 0,1 °C) s'écrit :

$$C = Tr - Tc + \delta T_1 + \delta T_2 + \delta T_3 + \delta T_4 + \delta T_5 + \delta T_6 + \delta T_7 + \delta T_8$$

avec :

Tr Température lue sur le thermomètre étalon

Tc Température lue sur le thermomètre à étalonner

δT_1 Correction liée à l'interpolation (thermomètre étalon)

δT_2 Correction liée à l'étalonnage du thermomètre étalon

δT_3 Correction liée à la dérive entre deux étalonnages du thermomètre étalon

δT_4 Correction liée à l'influence des conditions ambiantes sur les colonnes émergentes

δT_5 Correction liée à la stabilité du bain

δT_6 Correction liée à l'uniformité du bain

δT_7 Correction liée à la dépression du zéro du thermomètre à étalonner

δT_8 Correction liée à l'interpolation du thermomètre à étalonner

A-1.2.4 Détermination des différentes corrections et des incertitudes associées

Tr : La température lue sur le thermomètre étalon pendant l'étalonnage est 100,12 °C avec une étendue des lectures de 0,02 °C, soit :

$$\bullet \quad u(Tr) = \frac{0,02}{2\sqrt{3}} \approx 0,006 \text{ °C.}$$

Tc : La température lue sur le thermomètre à étalonner pendant la comparaison est de 100,01 °C avec une étendue des lectures de 0,02 °C, soit :

$$\bullet \quad u(Tc) = \frac{0,02}{2\sqrt{3}} \approx 0,006 \text{ °C.}$$

δT_1 : L'opérateur est apte à interpoler les lectures du thermomètre étalon gradué tous les 0,1 °C au cinquième de division. La correction liée à l'erreur d'interpolation est considérée comme nulle avec une incertitude- type valant :

$$\bullet \quad u(\delta T_1) = \frac{0,1/5}{2\sqrt{3}} \approx 0,006 \text{ °C.}$$

δT_2 : Correction liée à l'étalonnage du thermomètre de référence dans un laboratoire accrédité. Le certificat précise que la correction à appliquer aux lectures du thermomètre étalon est de - 0,1 °C avec une incertitude élargie (k=2) de 0,15 °C.

$$\bullet \quad u(\delta T_2) = \frac{0,15}{2} = 0,075 \text{ °C.}$$

δT_3 : Correction liée à la dérive entre deux étalonnages du thermomètre étalon. L'historique des étalonnages ne met pas en évidence d'évolution des corrections. Cette correction est donc considérée comme nulle avec une incertitude-type valant 0,006 °C (incertitude liée à l'interpolation de l'opérateur).

- $u(\delta T_3) = 0,006 \text{ °C}$.

δT_4 : Correction liée à l'influence des conditions ambiantes sur les colonnes émergentes. Le thermomètre de référence et le thermomètre à étalonner sont immergés au degré lu. En pratique, une faible partie des colonnes émergent du bain afin d'en faciliter les lectures. L'influence du changement des conditions ambiantes sur ces colonnes émergentes est considérée comme nulle avec une incertitude-type estimée à 0,006 °C.

- $u(\delta T_4) = 0,006 \text{ °C}$.

δT_5 : Correction liée à la stabilité du bain. La correction correspondante est nulle. Lors de la caractérisation du bain, l'écart-type expérimental des mesures effectuées était égal à 0,010 °C. Cette valeur est affectée à l'incertitude -type correspondante.

- $u(\delta T_5) = 0,010 \text{ °C}$.

δT_6 : Correction liée à l'uniformité du bain de comparaison. La correction correspondante est nulle dans la limite de l'écart maximal (symétrique par rapport à la position du thermomètre étalon) observé lors de la caractérisation spatiale du bain (0,04 °C), soit :

- $u(\delta T_6) = \frac{0,04}{2\sqrt{3}} \approx 0,012 \text{ °C}$.

δT_7 : Correction liée à la dépression du zéro du thermomètre à étalonner. Les mesures effectuées avant et après l'étalonnage à 100 °C au point de glace fondante n'ont pas mis en évidence de déplacement du zéro. La correction liée à la dépression du zéro est donc nulle avec une incertitude-type valant 0,006 °C (incertitude liée à l'interpolation de l'opérateur).

- $u(\delta T_7) = 0,01 \text{ °C}$.

δT_8 : Correction liée à l'interpolation du thermomètre à étalonner. L'opérateur est apte à interpoler les lectures du thermomètre étalon gradué tous les 0,1 °C au cinquième de division. La correction liée à l'erreur d'interpolation est considérée comme nulle avec une incertitude-type valant :

- $u(\delta T_8) = \frac{0,1}{2\sqrt{3}} \approx 0,006 \text{ °C}$.

Corrélation: Les quantités d'entrée du modèle sont considérées comme non corrélées.

A-1.2.5 Bilan des incertitudes

Quantité	Symbole	Estimation	Incertitude -type	Loi de probabilité	Coefficient de sensibilité	Contribution
Lecture thermomètre étalon	T_r	100,12 °C	0,006 °C	uniforme	1	0,006 °C
Lecture thermomètre à étalonner	T_c	100,01 °C	0,006 °C	uniforme	1	0,006 °C
Interpolation thermomètre étalon	δT_1	0 °C	0,006 °C	uniforme	1	0,006 °C
Etalonnage thermomètre étalon	δT_2	- 0,10 °C	0,075 °C	normale	1	0,075 °C
Dérive thermomètre étalon	δT_3	0 °C	0,006 °C	uniforme	1	0,006 °C
Colonne émergente thermomètre étalon	δT_4	0 °C	0,006 °C	uniforme	1	0,006 °C
Stabilité du bain	δT_5	0 °C	0,010 °C	normale	1	0,010 °C
Uniformité du bain	δT_6	0 °C	0,012 °C	uniforme	1	0,012 °C
Dépression du zéro thermomètre à étalonner	δT_7	0 °C	0,006 °C	uniforme	1	0,006 °C
Interpolation thermomètre à étalonner	δT_8	0 °C	0,006 °C	uniforme	1	0,006 °C
Correction	C	0,01 °C				0,078 °C

La correction d'étalonnage déterminée peut être considérée comme négligeable avec une incertitude-type composée de 0,078 °C.

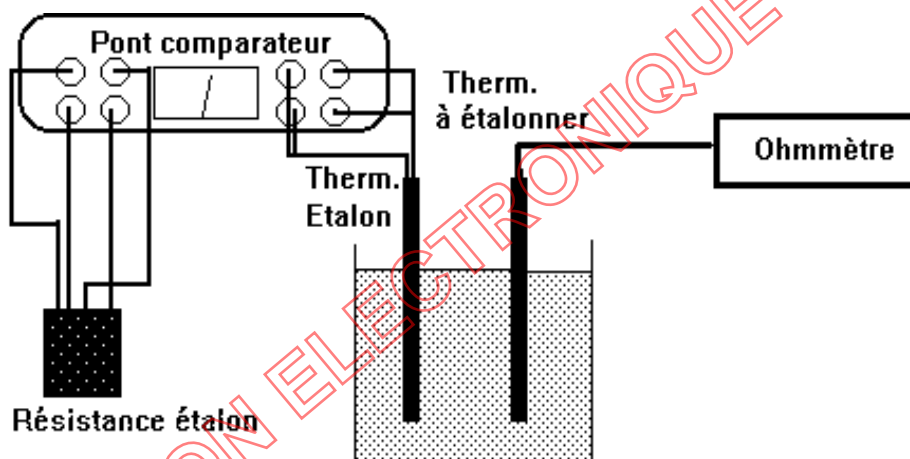
A-1.2.6 Établissement des résultats d'étalonnage

La correction à appliquer au thermomètre étalonné pour une lecture de 100,01 °C est (+0,01 ± 0,16) °C. L'incertitude établie dans cet exemple, est calculée à partir de l'incertitude-type estimée lors de la comparaison multipliée par un facteur d'élargissement k égal à 2, ce qui correspond, pour une loi de distribution de type normale à une probabilité de recouvrement d'environ 95 %.

A-1.3 Exemple 2 - Etalonnage d'un thermomètre à résistance de platine de 100 Ω par comparaison à une température de 80 °C

L'exemple qui suit correspond à l'étalonnage d'une sonde à résistance de platine de 100 Ω par comparaison à un niveau de température de 80 °C. Les paramètres résultant de l'étalonnage sont la température étalon t_r et la résistance électrique $R_c(t)$ mesurée aux bornes de la sonde à étalonner. Les incertitudes portent :

- sur la température t_c de l'élément sensible de la sonde à étalonner
- la mesure de la résistance électrique $R_c(t)$



A-1.3.1 Matériel mis en œuvre

Instruments de référence :

Sonde étalon de référence : sonde à résistance de platine 100 Ω raccordée aux étalons nationaux par un laboratoire accrédité en température par le Cofrac ou par l'un des organismes membre de l'accord multilatéral d'EA (dès lors que l'exploitation du certificat d'étalonnage le permet). L'étalonnage a été réalisé avec un courant de 1 mA (continu) traversant l'élément sensible.

Instrument de mesure associé à la sonde de référence : pont de mesure F17 avec sa résistance interne de 100 Ω stabilisée en température. Ce pont a été caractérisé par un laboratoire accrédité en électricité par le Cofrac ou par l'un des organismes membre de l'accord multilatéral d'EA (dès lors que l'exploitation du certificat d'étalonnage le permet) ; sa linéarité a été définie. Les mesures sont effectuées avec un courant de 1 mA (courant alternatif).

Générateur de température:

Le générateur de température est un bain liquide thermostaté équipé d'un bloc d'égalisation. Le laboratoire a étudié l'homogénéité et la stabilité de la température dans ce bloc d'égalisation lors de sa première mise en œuvre. Le laboratoire vérifie une fois par an que ces caractéristiques n'ont pas évolué.

Instrument de mesure électrique associé à la sonde à étalonner :

Multimètre étalonné périodiquement par un laboratoire accrédité en électricité par le Cofrac ou par l'un des organismes membre de l'accord multilatéral d'EA (dès lors que l'exploitation du certificat d'étalonnage le permet). Le branchement est effectué en 4 fils.

A-1.3.2 Méthode d'étalonnage

Cycle de mesure

- 10 mesures sont relevées avec la sonde de référence, à raison d'une mesure toutes les 30 secondes
- 10 mesures sont de nouveau relevées avec la sonde de référence
- 10 mesures sont relevées avec la sonde à étalonner, à raison d'une mesure toutes les 30 secondes
- 10 mesures sont relevées avec la sonde client

La durée totale du cycle est de 20 minutes.

Critère d'acceptation

La moyenne correspondant à chaque série de 10 mesures est calculée. Pour s'assurer de la stabilité du bain durant le cycle de mesure, un critère d'acceptation est mis en place. L'écart entre les moyennes correspondant à la première et à la deuxième série de mesure sur la sonde étalon de référence doit être inférieur à 0,01 °C. Cette valeur correspond à une variation de 0,004 Ω en résistance et de $4 \cdot 10^{-5}$ sur le rapport affiché par le pont.

La moyenne des moyennes correspondant au même instrument est consignée dans le certificat d'étalonnage.

Détermination de la température d'étalonnage

La température d'étalonnage est calculée à partir de la résistance réduite de la sonde de référence.

$$\bullet W_t = \frac{R_t}{R_{0,01^\circ C}}$$

Pour déterminer cette résistance réduite, on mesure en interne la résistance électrique aux bornes de la sonde lorsqu'elle est placée dans un point triple de l'eau. Cette mesure est effectuée une fois par mois. L'incertitude affectant cette mesure a été établie par le laboratoire.

La formule d'interpolation figurant dans le texte de l'EIT-90 est associée à la sonde de référence bien que celle-ci ne réponde pas à toutes les spécifications figurant dans ce document. Le laboratoire a établi (ou fait établir par un laboratoire accrédité) l'incertitude due à cette situation :

$$\bullet u_{\text{fonction d'interpolation}} = 0,01 \text{ } ^\circ\text{C}$$

A-1.3.3 Modèle des mesures

Remarque :

Tous les éléments concernant la sonde étalon de référence sont notés avec un "r" en indice.
Tous les éléments concernant la sonde client sont notés avec un "c" en indice.

La température t_c à laquelle se trouve l'élément sensible de la sonde client est :

$$\bullet \quad t_c = t_r(W_t) + \delta t_{thermique} + \delta t_{couplage} + \delta t_r(W_t)_1 + \delta t_r(W_t)_2 \quad (1)$$

avec :

W_t Résistance réduite de la sonde étalon mesurée à la température t.

$t_r(W_t)$ Relation d'étalonnage de la sonde étalon.

$\delta t_{thermique}$ Correction en température liée à la qualité du générateur de température

$\delta t_{couplage}$ Correction en température liée à la qualité du couplage thermique entre l'élément sensible de la sonde à étalonner et le milieu de comparaison.

W_t s'écrit :

$$\bullet \quad W_t = \frac{X_{rt} + \delta X_{rt_1} + \delta X_{rt_2} + \delta X_{rt_3} + \dots + \delta X_{rt_n}}{X_{r0,01\text{ }^\circ\text{C}} + \delta X_{r0,01\text{ }^\circ\text{C}_1} + \delta X_{r0,01\text{ }^\circ\text{C}_2} + \delta X_{r0,01\text{ }^\circ\text{C}_3} + \dots + \delta X_{r0,01\text{ }^\circ\text{C}_n}} \times \left(1 + \frac{\Delta R_{\acute{e}tal}}{R_{\acute{e}tal}} \right)$$

X_{rt} Rapports de résistance mesurés par le pont de mesure et les δX_{rt_i} sont des corrections liées aux différents facteurs d'influences.

$\Delta R_{\acute{e}tal}$ Variation de la résistance étalon interne au pont F17 entre les déterminations de $X_{r0,01\text{ }^\circ\text{C}}$ et X_{rt} .

Pour le type de sonde considéré :

$$X_{rt} \approx 1,3$$

$$X_{r0,01\text{ }^\circ\text{C}} \approx 1$$

La relation (1) s'écrit alors :

$$t_c = t_r \left(\frac{X_{rt}}{X_{r0,01\text{ }^\circ\text{C}}} \right) + C_{rt} \times (\delta X_{rt_1}) + C_{rt} \times (\delta X_{rt_2}) + C_{rt} \times (\delta X_{rt_3}) + \dots + C_{rt} \times (\delta X_{rt_n}) \\ + C_{r0,01\text{ }^\circ\text{C}} \times (\delta X_{r0,01\text{ }^\circ\text{C}_1}) + C_{r0,01\text{ }^\circ\text{C}} \times (\delta X_{r0,01\text{ }^\circ\text{C}_2}) + C_{r0,01\text{ }^\circ\text{C}} \times (\delta X_{r0,01\text{ }^\circ\text{C}_3}) + \dots \\ + C_{r0,01\text{ }^\circ\text{C}} \times (\delta X_{r0,01\text{ }^\circ\text{C}_n}) + C_{\frac{\Delta R_{\acute{e}tal}}{R_{\acute{e}tal}}} \times \left(\delta \frac{\Delta R_{\acute{e}tal}}{R_{\acute{e}tal}}} \right) + \delta t_{thermique} + \delta t_{couplage} + \delta t_{r(W_t)_1} + \delta t_{r(W_t)_2}$$

avec :

$$C_{rt} = \frac{\delta t_c}{\delta X_{rt}} = \frac{\delta t_c}{\delta W_t} \times \frac{\delta W_t}{\delta X_{rt}} \approx 250 \times \frac{1}{1} = 250\text{ }^\circ\text{C}$$

$$C_{r0,01\text{ }^\circ\text{C}} = \frac{\delta t_c}{\delta X_{r0,01\text{ }^\circ\text{C}}} = \frac{\delta t_c}{\delta W_t} \times \frac{\delta W_t}{\delta X_{r0,01\text{ }^\circ\text{C}}} \approx 250 \times \left(-\frac{1,3}{1^2} \right) = -328\text{ }^\circ\text{C}$$

$$C_{\frac{\Delta R_{\text{étal}}}{R_{\text{étal}}}} = \frac{\delta t_c}{\delta W_t} \times \frac{\delta W_t}{\delta \frac{\Delta R_{\text{étal}}}{R_{\text{étal}}}} \approx 250 \times 1,3 = 320 \text{ } ^\circ\text{C}$$

La résistance électrique de la sonde à étalonner, mesurée aux bornes du multimètre est :

$$\bullet \quad R_c(t) = R_c + \delta R_{c1} + \delta R_{c2} + \delta R_{c3} + \delta R_{c4}$$

avec :

- R_c** résistance lue sur le multimètre,
- δR_{c1}** correction liée à l'étalonnage du multimètre,
- δR_{c2}** correction liée à la dérive du multimètre,
- δR_{c3}** correction liée à la résolution du multimètre,
- δR_{c4}** correction liée à la connectique,

A-1.3.4 Détermination des différentes corrections et des incertitudes associées

$t_r \left(\frac{X_{rt}}{X_{r0,01 \text{ } ^\circ\text{C}}} \right)$: Le certificat d'étalonnage de la sonde de référence fournit la relation reliant la

résistance réduite **W_t** déterminée à la température de l'élément sensible. Dans le certificat d'étalonnage figure également l'incertitude-type élargie (k=2) affectant cet étalonnage (0,04 °C à 80 °C). A la température qui nous intéresse :
 $u = U/2 = 0,02 \text{ } ^\circ\text{C}$.

$\delta t_r(W_t)_1$: Correction liée à l'emploi de la formule spécifiée par l'EIT-90. Cette correction est considérée comme nulle mais elle est affectée d'une incertitude-type telle que :
 $u = 0,01 \text{ } ^\circ\text{C}$.

$\delta t_r(W_t)_2$: Correction liée à la dérive du thermomètre étalon. Le suivi de la sonde permet de considérer que cette correction est nulle. Toutefois, elle est affectée, d'une incertitude qui ne peut pas être inférieure à l'incertitude figurant sur les certificats d'étalonnage. A la température qui nous intéresse : $u = 0,02 \text{ } ^\circ\text{C}$.

δX_{rt_1} : Correction liée à la valeur et à la nature du courant (\approx ou $=$) traversant l'élément sensible. Cette correction a pu être déterminée par une étude particulière réalisée par le laboratoire. L'influence observée s'est avérée inférieure à la limite de détection des instruments utilisés lors de cette étude. En conséquence la correction est estimée nulle et l'incertitude correspondante retenue est calculée en fonction de cette limite de détection.
 $u = 3 \cdot 10^{-6}$

δX_{rt_2} : Correction liée à la dispersion des valeurs de X_{rt} relevées, de valeur nulle. La composante d'incertitude est déterminée de manière statistique.
 $u = 1,2 \cdot 10^{-5}$.

δX_{rt_3} : Correction liée au défaut de linéarité du pont et à l'influence de la température ambiante. La correction est nulle. L'incertitude-type est donnée par le constructeur.
 $u = 3,5 \cdot 10^{-6}$.

δX_{rt_4} : Correction liée à la résolution du pont (résolution $1 \cdot 10^{-7}$). La correction est nulle.
 $u = 0,3 \cdot 10^{-7}$.

δX_{rt_5} : Correction liée à la connectique. La correction est nulle. La sonde étalon de référence est directement reliée au pont de mesure. L'incertitude associée à cette correction est considérée comme négligeable.

δX_{rt_6} : Correction liée aux flux de chaleur parasite le long de la gaine de la sonde étalon. Elle est estimée en modifiant les conditions de couplage thermique entre l'élément sensible de la sonde et son environnement. Dans le cas présent, tous les écarts observés sont inférieurs ou égaux à la stabilité du bain. La correction est estimée nulle, son incertitude associée est prise égale à la stabilité du bain.
 $u : 2,5 \cdot 10^{-5}$.

$\delta X_{r0,01 \text{ } ^\circ\text{C}_1}$, $\delta X_{r0,01 \text{ } ^\circ\text{C}_3}$, $\delta X_{r0,01 \text{ } ^\circ\text{C}_4}$, $\delta X_{r0,01 \text{ } ^\circ\text{C}_5}$, $\delta X_{r0,01 \text{ } ^\circ\text{C}_6}$ concernent le point triple de l'eau et sont déterminés en suivant les règles définies plus haut pour les δX_{rt_i} .

$\delta X_{r0,01 \text{ } ^\circ\text{C}_2}$: correction liée à la répétabilité des mesures de $\delta X_{r0,01 \text{ } ^\circ\text{C}}$. La correction est nulle. L'incertitude associée est déterminée par une méthode de type A.

$\delta X_{r0,01 \text{ } ^\circ\text{C}_7}$: Correction liée à l'étalonnage de la cellule au point triple de l'eau. Cette correction est de 0,1 mK avec une incertitude élargie de 0,7 mK.
 $u(\text{sur } X_{r0,01 \text{ } ^\circ\text{C}}) = 14 \cdot 10^{-7}$.

$\delta X_{r0,01 \text{ } ^\circ\text{C}_8}$: Correction liée à la mise en œuvre de la cellule au point triple de l'eau. La correction est nulle. L'incertitude est propre aux conditions de mise en œuvre dans le laboratoire :
 $u(\text{sur } X_{r0,01 \text{ } ^\circ\text{C}}) = 2 \cdot 10^{-6}$.

$\delta X_{r0,01 \text{ } ^\circ\text{C}_9}$: Correction liée à la dérive de la cellule au point triple de l'eau. La correction est nulle. L'incertitude-type est de :
 $u(\text{sur } X_{r0,01 \text{ } ^\circ\text{C}}) = 14 \cdot 10^{-7}$.

$\delta X_{r0,01 \text{ } ^\circ\text{C}_{10}}$: Correction liée à l'évolution de $X_{r0,01 \text{ } ^\circ\text{C}}$ sur une durée de 1 mois. La correction est nulle. L'incertitude est de :
 $u(X_{r0,01 \text{ } ^\circ\text{C}}) = 2 \cdot 10^{-5}$.

$\delta \frac{\Delta R_{\text{étal}}}{R_{\text{étal}}}$: Correction liée à la variation de la résistance étalon entre la mesure de $X_{r0,01 \text{ } ^\circ\text{C}}$ et X_{rt} . Le suivi de cette résistance étalon révèle une excellente stabilité. Cette résistance a un faible coefficient en température. De plus elle est placée dans un bain régulé à $\pm 0,01 \text{ } ^\circ\text{C}$. Cette correction est considérée comme nulle et affectée d'une incertitude négligeable.

$\delta t_{\text{thermique}}$: Correction liée à l'uniformité en température du bain (uniformité axiale et radiale). La correction est considérée comme nulle et affectée d'une incertitude telle que :
 $u = 0,01 \text{ } ^\circ\text{C}$.

$\delta t_{\text{couplage}}$: Correction liée à la résistance thermique présente entre l'élément sensible de la sonde à étalonner et le milieu de comparaison. Elle est estimée en modifiant les conditions de couplage thermique entre l'élément sensible de la sonde à étalonner et son environnement. La correction est considérée comme nulle et affectée d'une incertitude qui dépend de différents

paramètres (nature de la gaine, immersion du capteur dans le milieu de comparaison,...) dans le cas présent cette incertitude est telle que :
 $u=0,01 \text{ } ^\circ\text{C}$.

A-1.3.5 Bilan d'incertitude sur la température t à laquelle se trouve la sonde à étalonner

Symbole	Quantité	Estimation	Incertitude-type u	Loi de probabilité	Coefficient de sensibilité C_i	Contribution en $^\circ\text{C}$
$t_r \left(\frac{X_{rt}}{X_{r0,01 \text{ } ^\circ\text{C}}} \right)$	Etalonnage	80,030 0 $^\circ\text{C}$	0,02 $^\circ\text{C}$	normale	1	0,02
$\delta t_r (W_t)_1$	Formule associée	0	0,01 $^\circ\text{C}$	uniforme	1	0,01
$\delta t_r (W_t)_2$	Dérive étalon	0	0,02 $^\circ\text{C}$	uniforme	1	0,02
δX_{rt_1}	Valeur et nature du courant	0	$3 \cdot 10^{-6}$	uniforme	250 $^\circ\text{C}$	0,000 8
δX_{rt_2}	Répétabilité de X_{rt}	0	$1,2 \cdot 10^{-5}$	uniforme	250 $^\circ\text{C}$	0,004
δX_{rt_3}	Linéarité et température pont	0	$3,5 \cdot 10^{-6}$	uniforme	250 $^\circ\text{C}$	0,001
δX_{rt_4}	Résolution pont	0	$0,3 \cdot 10^{-7}$	uniforme	250 $^\circ\text{C}$	0,000 01
δX_{rt_5}	Connectique	0	Négligeable			
δX_{rt_6}	Couplage thermique étalon	0	$2,5 \cdot 10^{-5}$	uniforme	250 $^\circ\text{C}$	0,007
$\delta X_{r0,01_1}$	Valeur et nature du courant	0	$3 \cdot 10^{-6}$	uniforme	-330 $^\circ\text{C}$	-0,000 8
$\delta X_{r0,01_2}$	Répétabilité de $X_{r0,01 \text{ } ^\circ\text{C}}$	0	$3 \cdot 10^{-7}$	normale	-330 $^\circ\text{C}$	-0,000 1
$\delta X_{r0,01_3}$	Linéarité pont	0	$2,5 \cdot 10^{-6}$	uniforme	-330 $^\circ\text{C}$	-0,000 8
$\delta X_{r0,01_4}$	Résolution pont	0	$0,3 \cdot 10^{-7}$	uniforme	-330 $^\circ\text{C}$	-0,000 01
$\delta X_{r0,01_5}$	Connectique	0	Négligeable			
$\delta X_{r0,01_6}$	Couplage thermique étalon	0	$1 \cdot 10^{-7}$	uniforme	-330 $^\circ\text{C}$	-0,000 03
$\delta X_{r0,01_7}$	Etalonnage du point triple de l'eau	-0,000 1 $^\circ\text{C}$	$14 \cdot 10^{-7}$	normale	-330 $^\circ\text{C}$	-0,000 5
$\delta X_{r0,01_8}$	Mise en œuvre du point triple de l'eau	0	$2 \cdot 10^{-6}$	uniforme	-330 $^\circ\text{C}$	-0,000 7
$\delta X_{r0,01_9}$	Dérive point triple	0	$14 \cdot 10^{-7}$	uniforme	-330 $^\circ\text{C}$	-0,000 5
$\delta X_{r0,01_{10}}$	Stabilité sur 1 mois de $X_{r0,01 \text{ } ^\circ\text{C}}$	0	$2 \cdot 10^{-5}$	uniforme	-330 $^\circ\text{C}$	-0,007

Symbole	Quantité	Estimation	Incertitude-type u	Loi de probabilité	Coefficient de sensibilité C _i	Contribution en °C
$\delta \frac{\Delta R_{\text{étal}}}{R_{\text{étal}}}$	Stabilité de résistance étalon	0	Négligeable			
$\delta t_{\text{thermique}}$	Caractéristiques bain	0	0,01 °C	uniforme	1	0,01
$\delta t_{\text{couplage}}$	Couplage thermique sonde/bain	0	0,01 °C	uniforme	1	0,01
t_c		80,030 0 °C				0,035 °C

Bilan d'incertitude sur R_c(t)

δR_{c1} correction liée à l'étalonnage du multimètre

δR_{c2} correction liée à la dérive du multimètre

δR_{c3} correction liée à la résolution du multimètre

δR_{c4} correction liée à la connectique

Symbole	Quantité	Estimation Ω	Incertitude-type Ω	Loi de probabilité	Coefficient de sensibilité	Contribution à l'incertitude Ω
$R_c(t)$		131,200 0	$2 \cdot 10^{-3}$	Normale	1	0,0020
δR_{c1}	étalonnage du multimètre	-0,004 0	$1 \cdot 10^{-3}$	Uniforme	1	0,0010
δR_{c2}	dérive du multimètre	0	$6 \cdot 10^{-4}$	Uniforme	1	0,0010
δR_{c3}	résolution du multimètre	0	$6 \cdot 10^{-5}$	Uniforme	1	0,00006
δR_{c4}	connectique	0	Négligeable			
$R_c(t)$		131,196 0				0,0026

Incertitude-type composée

Cet exemple correspond à l'étalonnage d'une sonde à résistance de platine de 100 Ω par comparaison à un niveau de température de 80 °C. Les paramètres résultant de l'étalonnage sont la température étalon t_r et la résistance électrique $R_c(t)$ mesurée aux bornes de la sonde à étalonner. Les incertitudes portent :

- sur la température t_c de l'élément sensible de la sonde à étalonner
- sur la mesure de la résistance électrique $R_c(t)$.

L'incertitude-type composée sur $R_c(t)$ doit donc être d'abord exprimée en °C puis ajoutée quadratiquement à l'incertitude-type composée sur la température t_c

$$\text{A } 80 \text{ °C, } \frac{\delta R_c}{\delta t} \approx 0,39 \text{ } \Omega \cdot \text{°C}^{-1}$$

Température d'étalonnage	Incertitude-type sur la température d'étalonnage	Résistance mesurée	Incertitude-type sur la résistance mesurée	Incertitude-type sur la résistance mesurée exprimée en °C	Incertitude-type globale d'étalonnage
80,030 0 °C	0,035 °C	131,196 0 Ω	0,002 6 Ω	0,007 °C	0,036 °C

L'incertitude élargie est obtenue en multipliant l'incertitude type composée par un facteur d'élargissement k pris égal à 2.

A-1.3.6 Établissement des résultats d'étalonnage

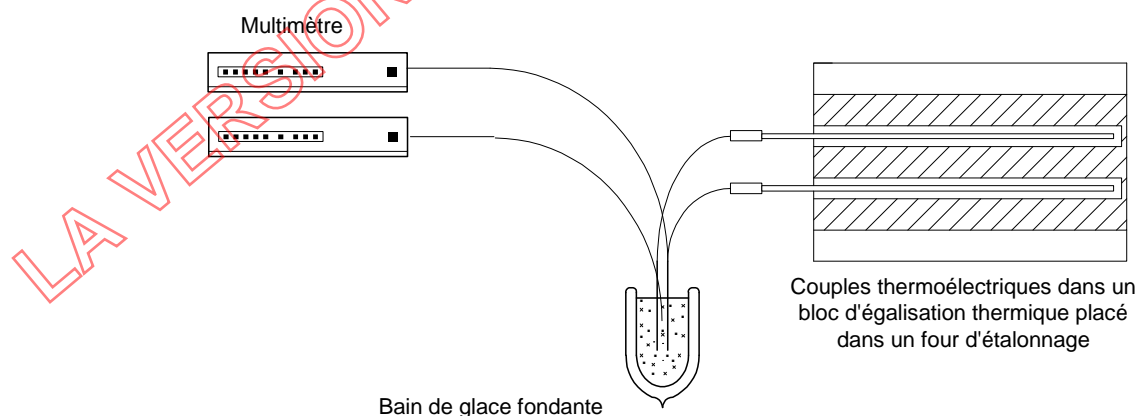
Température d'étalonnage	Résistance mesurée	Incertitude
80,030 °C	131,196 0 Ω	0,072 Ω

L'incertitude établie dans cet exemple est calculée à partir de l'incertitude-type estimée lors de la comparaison multipliée par un facteur d'élargissement k égal à 2, ce qui correspond, pour une loi de distribution de type normal à une probabilité de recouvrement d'environ 95 %.

A-1.4 Exemple 3 : Etalonnage d'un couple thermoélectrique de type K par comparaison à une température de 1000 °C

L'exemple qui suit correspond à l'étalonnage d'un couple thermoélectrique de type K par comparaison, à une température de 1000 °C en vue d'effectuer une vérification.

Les paramètres résultant de l'étalonnage qui intéressent l'utilisateur sont les valeurs de l'écart exprimé en °C constaté entre le comportement du couple thermoélectrique à étalonner et la table de référence normalisée relative au couple de type K à la température d'étalonnage (environ 1000 °C).



A-1.4.1 Matériel mis en œuvre

Instruments de référence : Le couple thermoélectrique *étalon de référence* est un couple thermoélectrique de type S étalonné par comparaison par un laboratoire d'étalonnage accrédité en température par le Cofrac ou par l'un des organismes membre de l'accord multilatéral d'EA (dès lors que l'exploitation du certificat d'étalonnage le permet). Le certificat d'étalonnage précise la forme du profil de température appliqué au couple durant son raccordement. Celui-ci ne diffère pas de celui appliqué au laboratoire. La jonction de référence du couple est maintenue à 0 °C à l'aide d'un point de glace fondante.

Générateur de température: Le générateur de température est un four tubulaire thermostaté muni d'un bloc d'égalisation thermique. Le laboratoire a déterminé l'écart entre deux logements du bloc d'égalisation, le profil de température appliqué le long des capteurs et la stabilité en température du four lors de sa première mise en œuvre. Le laboratoire vérifie une fois par an que ces caractéristiques n'ont pas évolué.

Instruments de mesure électrique associés aux couples thermoélectriques : Deux multimètres de caractéristiques identiques sont utilisés ; ils sont étalonnés périodiquement par un laboratoire accrédité en électricité par le Cofrac ou par l'un des organismes membre de l'accord multilatéral d'EA (dès lors que l'exploitation du certificat d'étalonnage le permet).

A-1.4.2 Méthode d'étalonnage

Cycle de mesure :

- 10 mesures de *f.e.m* sont effectuées sur le couple thermoélectrique étalon,
- 10 mesures de *f.e.m* sont effectuées sur le couple thermoélectrique à étalonner,
- 10 mesures de *f.e.m* sont effectuées de nouveau sur le couple thermoélectrique étalon.

La durée totale du cycle est d'environ 20 minutes.

Critère d'acceptation

La moyenne correspondant à chaque série de 10 mesures est calculée. Afin de vérifier la stabilité du four durant le cycle de mesure, un critère d'acceptation est mis en place. L'écart entre les moyennes correspondant à la première et à la deuxième série de mesure des *f.e.m* du couple thermoélectrique étalon doit être inférieure à 0,2 °C soit 2 µV.

A-1.4.3 Modèle des mesures

Lors de la comparaison à la température T_r , le couple thermoélectrique en étalonnage délivre une *f.e.m* V_c . Dans la table de référence normalisée, correspondant à ce type de couple thermoélectrique, cette *f.e.m* V_c est associée à une température T_c . L'écart entre le comportement du couple à étalonner et la table normalisée s'écrit :

$$E = T_r (V_r + \delta V_{r1} + \delta V_{r2} + \delta V_{r3}) - T_c (V_c + \delta V_{c1} + \delta V_{c2} + \delta V_{c3}) + \delta T_{r1} + (S_{r0}/S_{r1000}) \delta T_0 + (S_{c0}/S_{c1000}) \delta T_0 + \delta T_{thermique} + \delta T_{c1}$$

C'est-à-dire en faisant apparaître les coefficients de sensibilité adéquats :

$$E = T_r(V_r) + \delta T_r(V_r) + (S_{r1000})^{-1} \cdot \delta V_{r1} + (S_{r1000})^{-1} \cdot \delta V_{r2} + (S_{r1000})^{-1} \cdot \delta V_{r3} - T_c(V_c) + (S_{c1000})^{-1} \cdot \delta V_{c1} + (S_{c1000})^{-1} \cdot \delta V_{c2} + (S_{c1000})^{-1} \cdot \delta V_{c3} + \delta T_{r1} + (S_{r1000}/S_{r0})^{-1} \cdot \delta T_0 + (S_{c1000}/S_{c0})^{-1} \cdot \delta T_0 + \delta T_{therm} + \delta T_{c1}$$

avec :

T_r Relation d'étalonnage du couple thermoélectrique étalon

$\delta T_r(V_r)$ Répétabilité du couple thermoélectrique étalon

V_r *f.e.m* générée par le couple thermoélectrique étalon

S_{r1000} La sensibilité du couple thermoélectrique étalon à 1000 °C

δV_{r1} Correction d'étalonnage du multimètre

δV_{r2} Correction liée à la dérive du multimètre

δV_{r3} Correction liée à l'influence des paramètres ambiants et des connexions

T_c	Température de la table normalisée équivalente à la <i>f.e.m</i> délivrée par le couple thermoélectrique à étalonner
V_c	<i>f.e.m</i> générée par le couple thermoélectrique à étalonner
$S_{c_{1000}}$	Sensibilité du couple thermoélectrique à étalonner à 1000 °C
δV_{c1}	Correction d'étalonnage du multimètre
δV_{c2}	Correction liée à la dérive du multimètre
δV_{c3}	Correction liée à l'influence des paramètres ambiants et des connexions
δT_{r1}	Correction liée à la dérive du couple thermoélectrique étalon entre deux étalonnages
S_{r_0}	Sensibilité du couple thermoélectrique étalon à 0 °C
δT_0	Correction liée au point de glace fondante
S_{c_0}	Sensibilité du couple thermoélectrique à étalonner à 0 °C
δT_{therm}	Correction liée au générateur de température (écart entre logement, stabilité, profil de température)
δT_{c1}	Correction liée à l'influence des hétérogénéités du couple thermoélectrique à étalonner.

Notes :

- Tous les éléments concernant le couple thermoélectrique de référence sont notés avec un "r" en indice.
- Tous les éléments concernant le couple thermoélectrique à étalonner sont notés avec un "c" en indice.

La sensibilité des couples thermoélectriques de type S (couple thermoélectrique étalon) et de type K (couple thermoélectrique à étalonner) sont :

	Type S	Type K
t (°C)	S_{r_t} ($\mu V \cdot ^\circ C^{-1}$)	S_{c_t} ($\mu V \cdot ^\circ C^{-1}$)
0	$S_{r_0} = 5,4$	$S_{c_0} = 39,5$
1000	$S_{r_{1000}} = 11,5$	$S_{c_{1000}} = 39$

A-1.4.4 Détermination des différentes corrections et des incertitudes associées

Tr (V_r) La relation d'étalonnage du couple thermoélectrique étalon est fournie dans le certificat d'étalonnage. L'incertitude élargie ($k=2$) délivrée à 1000 °C est 1,1 °C correspondant à une incertitude-type de 0,55 °C.

δTr (V_r) La répétabilité du couple thermoélectrique étalon. Elle est ici égale à :
 $u = 0,15$ °C.

δVr_1 La correction d'étalonnage du multimètre est fournie dans le certificat d'étalonnage. Sa valeur est nulle et l'incertitude élargie ($k=2$) délivrée pour le calibre utilisé est 0,6 μV correspondant à une incertitude-type de 0,3 μV .

δVr_2 L'historique des étalonnages n'a pas mis en évidence de dérive significative au regard de l'incertitude d'étalonnage. Cette correction est donc nulle avec une incertitude-type évaluée à 0,3 μV .

- δVr_3 La correction liée à l'influence des paramètres ambiants et des connexions est considérée comme nulle dans la limite de 1 μV correspondant à une incertitude-type de 0,3 μV .
- Tc (Vc)** La correction liée à l'utilisation de la table normalisée pour déterminer la température équivalente à la *f.e.m* délivrée par le couple thermoélectrique à étalonner est considérée comme nulle avec une incertitude négligeable. Par ailleurs, l'étalonnage a mis en évidence une étendue de mesure des *f.e.m* générées par le couple thermoélectrique à étalonner équivalent à 0,6 °C, soit une incertitude -type de 0,18 °C.
- δVc_1 La correction d'étalonnage du multimètre est fournie dans le certificat d'étalonnage. Sa valeur est nulle et l'incertitude élargie ($k=2$) délivrée pour le calibre utilisé est 0,6 μV correspondant à une incertitude-type de 0,3 μV .
- δVc_2 L'historique des étalonnages n'a pas mis en évidence de dérive significative au regard de l'incertitude d'étalonnage. Cette correction est donc nulle avec une incertitude-type évaluée à 0,3 μV .
- δVc_3 La correction liée à l'influence des paramètres ambiants et des connexions est considérée comme nulle dans la limite de 1 μV correspondant à une incertitude-type de 0,3 μV .
- δTr_1 L'historique des étalonnages a mis en évidence une dérive du couple thermoélectrique étalon équivalente à 0,6 °C entre deux étalonnages correspondant à une incertitude-type de 0,35 °C ($0,6/\sqrt{3}$).
- δT_0 La correction liée au point de glace fondante est considérée comme nulle avec une incertitude-type sur la connaissance de la température des jonctions de référence des couples thermoélectriques de 0,01 °C. La propagation de cette incertitude 0 °C à 1000 °C dépend du rapport des coefficients de sensibilité des couples (type S $c_s = 5,4/11,5 = 0,48$; type K $c_k = 39,5/39 \approx 1$).
- δT_{therm} La correction liée au générateur de température qui a été caractérisé (écart entre logements, stabilité, profil de température) est considérée comme nulle à une incertitude-type près de 0,6 °C.
- δTc_1 La correction liée à l'influence des hétérogénéités du couple thermoélectrique à étalonner est considérée comme nulle avec une incertitude-type estimée à 0,2 °C. Cette composante a été estimée en mesurant les variations de *f.e.m* provoquées par une modification du profil de température appliqué au capteur, la température de la jonction de mesure étant par ailleurs maintenue à une température constante.

Note : Les quantités d'entrée du modèle sont considérées comme non corrélées.

A-1.4.5 Bilan des incertitudes

Quantité	Symbole	Estimation	Incertitude - type	Loi de probabilité	Coeff. de sensibilité	Contribution
Etalonnage du couple étalon (type S)	$Tr(Vr)$	1000,25 °C	0,55 °C	normale	1	0,55 °C
Répétabilité du couple étalon	$\delta Tr(Vr)$	0 °C	0,15 °C	normale	1	0,15 °C
Etalonnage du multimètre	δVr_1	0 μV	0,3 μV	normale	$(11,5 \mu V/^\circ C)^{-1}$	0,03 °C

Quantité	Symbole	Estimation	Incertitude - type	Loi de probabilité	Coeff. de sensibilité	Contribution
Dérive du multimètre	δV_{r_2}	0 μ V	0,3 μ V	/	$(11,5 \mu\text{V}/^\circ\text{C})^{-1}$	0,03 $^\circ\text{C}$
Facteurs d'influence	δV_{r_3}	0 μ V	0,3 μ V	uniforme	$(11,5 \mu\text{V}/^\circ\text{C})^{-1}$	0,03 $^\circ\text{C}$
Utilisation de la table de référence normalisée & répétabilité du couple à étalonner (type K)	$T_c (V_c)$	1000,5 $^\circ\text{C}$	0,18 $^\circ\text{C}$	uniforme	1	0,18 $^\circ\text{C}$
Étalonnage du multimètre	δV_{c_1}	0 μ V	0,3 μ V	normale	$(39 \mu\text{V}/^\circ\text{C})^{-1}$	0,01 $^\circ\text{C}$
Dérive du multimètre	δV_{c_2}	0 μ V	0,3 μ V	/	$(39 \mu\text{V}/^\circ\text{C})^{-1}$	0,01 $^\circ\text{C}$
Facteurs d'influence	δV_{c_3}	0 μ V	0,3 μ V	uniforme	$(39 \mu\text{V}/^\circ\text{C})^{-1}$	0,01 $^\circ\text{C}$
Dérive du couple étalon	δT_{r_1}	0 $^\circ\text{C}$	0,35 $^\circ\text{C}$	uniforme asymétrique	1	0,35 $^\circ\text{C}$
Point de glace fondante	δT_0	0 $^\circ\text{C}$	0,01 $^\circ\text{C}$	normale	0,48	0,005 $^\circ\text{C}$
Point de glace fondante	δT_0	0 $^\circ\text{C}$	0,01 $^\circ\text{C}$	normale	≈ 1	0,01 $^\circ\text{C}$
Milieu de comparaison (uniformité et stabilité)	δT_{therm}	0 $^\circ\text{C}$	0,6 $^\circ\text{C}$	uniforme	1	0,6 $^\circ\text{C}$
Influence des hétérogénéités	δT_{c1}	0 $^\circ\text{C}$	0,2 $^\circ\text{C}$	uniforme	1	0,2 $^\circ\text{C}$
Écart / table de référence	E	-0,25 $^\circ\text{C}$				0,95 $^\circ\text{C}$

A-1.4.6 Établissement des résultats d'étalonnage

L'écart (exprimé en $^\circ\text{C}$) constaté entre le comportement du couple thermoélectrique étalonné et la table de référence normalisée relative au couple de type K à la température d'étalonnage (1000,25 $^\circ\text{C}$) est $(-0,25 \pm 1,9) \text{ }^\circ\text{C}$. L'incertitude étendue dans cet exemple est calculée à partir de l'incertitude-type composée estimée lors de la comparaison multipliée par un facteur d'élargissement k égal à 2, ce qui correspond, pour une loi de distribution de type normale à une probabilité de recouvrement d'environ 95 %.

A-1.4.7 Vérification

La déclaration de conformité est donnée en considérant l'écart par rapport à la norme muni de son incertitude et le critère défini par l'utilisateur.

ANNEXE 2 : Etalonnage de simulateurs ou d'indicateurs de température par simulation électrique

A-2.1 Objet de l'annexe 2

Cette annexe concerne, plus particulièrement, l'étalonnage d'indicateurs de température ou de calibrateurs de température par simulation électrique.

Dans cette annexe, sont présentées la technique et la méthode de calcul simplifiée et recommandée dans ce domaine, à l'aide d'exemples.

Ce type de prestation pourra être examiné indifféremment par l'une ou l'autre Commission Technique d'Accréditation (Mécanique - Thermique ou Électricité - Rayonnements Ionisants-Technologie de l'Information).

L'étude de la demande sera faite selon les mêmes critères dans les deux commissions ; pour cela il y aura la participation d'au moins un expert mandaté par l'autre commission, de façon à assurer la pluridisciplinarité des compétences acquises pour l'évaluation du laboratoire et l'homogénéité des décisions.

Un tableau spécifique des possibilités d'étalonnage sera établi dans la convention correspondante.

Les valeurs numériques citées sont des valeurs plausibles mais fictives et ne doivent être considérées que comme des exemples.

Chaque cause d'incertitude-type doit être explicitée et la valeur attribuée justifiée.

A-2.2 Certificats d'étalonnage

Le certificat d'étalonnage devra comporter une mise en garde concernant l'étalonnage réalisé et attirant l'attention de l'utilisateur sur le fait que pour effectuer une mesure de température, il faut rajouter un capteur également étalonné.

Les phrases à reporter dans les certificats d'étalonnage sont les suivantes :

- " L'étalonnage de cet instrument a été effectué par simulation."
- " Pour effectuer une mesure de température, cet instrument devra nécessairement être associé à un capteur de température étalonné.

L'incertitude associée au thermomètre ainsi constitué devra être l'incertitude d'étalonnage de l'indicateur combinée à l'incertitude d'étalonnage du capteur, aux incertitudes dues à sa stabilité, aux conditions d'environnement ... "

Note : Dans le cas d'un calibrateur, ce paragraphe n'est pas obligatoire.

- " L'attention de l'utilisateur est attirée sur le fait que les valeurs des tableaux, exprimées en °C, sont des valeurs en unités d'affichage et ne correspondent pas à une température réellement générée ou mesurée."

A-2.3 Mise en garde

Dans le cas où il est nécessaire de raccorder l'indicateur de température au générateur par des câbles de nature particulière, la caractérisation de ces câbles peut être faite soit en externe soit en interne. Lorsque cette caractérisation est faite en interne, cette opération devra être validée. Lorsque celle-ci est validée, elle n'est possible que dans le cadre de l'étalonnage des indicateurs et calibrateurs.

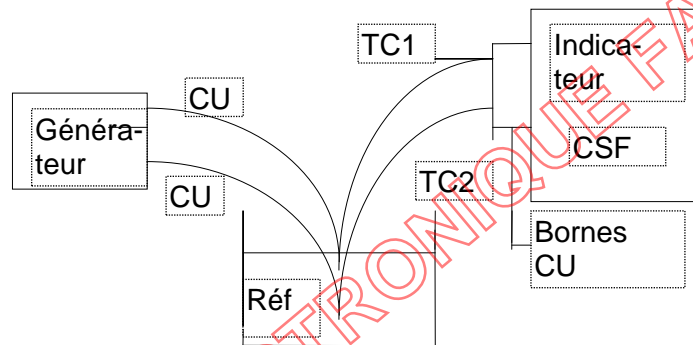
Lorsqu'un indicateur (ou un calibrateur) doit être étalonné, il est indispensable de prendre connaissance à partir de la notice des possibilités de la compensation de soudure froide (CSF) [débrayable ou inaccessible]. Il est alors impératif d'adapter la procédure d'étalonnage et le calcul d'incertitude à ces possibilités. Dans le cas où la CSF est inaccessible, le montage présenté dans l'exemple 1 pourra être utilisé.

Les câbles d'extension (de même nature que le couple) ou de compensation (de nature différente mais de même comportement thermoélectrique à température ambiante) doivent être étalonnés et compatibles avec la nature du couple sélectionné sur l'instrument.

Pour le cas des résistances, il faudra prendre garde à l'influence des connexions et des câbles de liaison dans le cas des mesures 3 fils.

A-2.4 Exemple 1 : Etalonnage d'un indicateur de température utilisé associé à un thermocouple

A-2.4.1 Schéma



Générateur de température dont la stabilité est connue

A-2.4.2 Analyse des causes d'incertitudes

Le calcul doit être développé pour au moins deux types de couple thermoélectrique, un couple de faible sensibilité et un couple de forte sensibilité.

- B1 incertitude sur la génération de la tension continue (étalonnage, dérive, influence de la température...)
- B2 incertitude liée à la connexion fils Cu-générateur
- B3 incertitude liée à la connexion fils TC1, TC2-indicateur (f.e.m de contact, différence de métaux, différence de température, etc.)
- B4 incertitude sur la température de la jonction de référence (stabilité, homogénéité, mesure de la température avec une sonde...)
- B5 incertitude due à l'étalonnage des fils TC1 et TC2
- B6 incertitude liée à la conversion tension-température (utilisation d'une table, interpolation...)
- B7 ...

Note : Chaque cause d'incertitude citée ci-dessus est susceptible d'être décomposée.

A-2.4.3 Étalon de référence à raccordement externe

Voir ci-après.

A-2.4.4 Étalon de référence à raccordement interne

Il est recommandé au laboratoire de présenter les raccordements des appareils sous le modèle de tableau comme présenté au paragraphe 10.1 de ce guide.

Laboratoire Température

* étalon de référence à raccordement externe :

- Générateur de tension

*étalon de référence à raccordement interne :

- Thermomètre

Laboratoire Electricité-Magnétisme

* étalon de référence à raccordement externe :

- Thermomètre

* étalon de référence à raccordement interne :

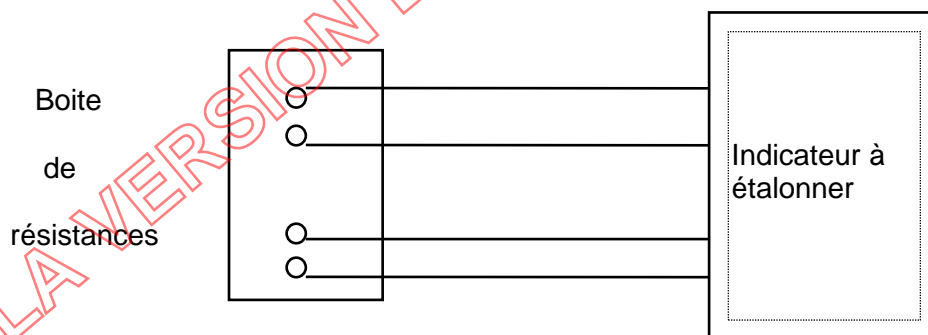
- Générateur de tension

Pour les deux types de laboratoire, le raccordement des câbles d'extension ou de compensation peut être fait en raccordement externe ou interne avec des explications adéquates.

Tous les couples thermoélectriques utilisés sont mentionnés dans le tableau des raccordements contractuels.

A-2.5 Exemple 2 : Etalonnage d'indicateur de température pour sonde à résistance de platine 100 Ω À 0 °C

A-2.5.1 Schéma



A-2.5.2 Analyse des causes d'incertitudes

- A incertitude sur la répétabilité des connexions de la boîte de résistances
- B1 incertitude sur l'étalonnage de R
- B2 dérive de R
- B3 influence de la température sur R
- B4 incertitude due à l'influence du courant de mesure
- B5 incertitude due à l'additivité des décades
- B6 ...

A-2.5.3 Étalon de référence à raccordement interne ou externe

Boîte de résistances

Cet instrument est en raccordement interne ou externe selon le laboratoire.

A-2.6 Présentation des tableaux des possibilités d'étalonnage pour les deux exemples précédents

	Domaine en mV (1)	Incertitude en μV (2)	Méthodes et moyens mis en œuvre
Indicateur pour thermocouple (mode récepteur) sans compensation de soudure froide	- n à + m	$\pm \alpha_1$ à $\pm \beta_1$	
Indicateur pour thermocouple (mode récepteur) avec compensation de soudure froide	- n à + m	$\pm \alpha_2$ à $\pm \beta_2$	
Simulateur pour thermocouple (mode générateur) sans compensation de soudure froide	- n à + m	$\pm \alpha_3$ à $\pm \beta_3$	
Simulateur pour thermocouple (mode générateur) avec compensation de soudure froide	- n à + m	$\pm \alpha_4$ à $\pm \beta_4$	
	Domaine en Ω (1)	Incertitude en $\text{m}\Omega$ (2)	Méthodes et moyens mis en œuvre
Indicateur pour thermistance (mode récepteur)	- n à + m	$\pm \lambda_1$ à $\pm \delta_1$	
Simulateur de thermorésistance (mode générateur)	- n à + m	$\pm \lambda_2$ à $\pm \delta_2$	

(1) Les domaines de température équivalents sont, pour chaque couple thermoélectrique, déterminés conformément aux normes en vigueur.

(2) Afin d'obtenir l'incertitude d'étalonnage en $^{\circ}\text{C}$, l'incertitude en μV ou en $\text{m}\Omega$ sera convertie en $^{\circ}\text{C}$ et combinée avec la résolution, la répétabilité, etc. propres à l'instrument. L'incertitude propre à la table de conversion utilisée devra également être prise en compte.

Note : Les calculs doivent être effectués en tension et convertis en température à la fin des calculs car la sensibilité d'un thermocouple varie avec la gamme de température.

A-2.7 Valeurs numériques pour l'exemple 1

Les cas d'un thermocouple de faible sensibilité et d'un thermocouple de forte sensibilité sont traités. La sensibilité moyenne prise pour le couple de faible sensibilité est de $10 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$, et de $40 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$ pour le couple à forte sensibilité.

Il faut prendre garde au fait que la sensibilité des thermocouples varie avec la température.

Les valeurs figurant dans le tableau sont exprimées en μV :

		Couple de faible sensibilité		Couple de forte sensibilité	
		Valeur max	1 sigma	Valeur max	1 écart-type
		$U \leq 16 \text{ mV}$		$U \leq 50 \text{ mV}$	
B1	Etalonnage générateur	0,8	0,4	1,4	0,7
B2	Dérive du générateur	0,2	0,1	1,6	0,8
B3	Influence de la température	négligeable		négligeable	
B4	Résolution	0,2	0,1	0,2	0,1
B5	Écart sur le bornier de $0,1^\circ\text{C}$	0,1	0,03	0,1	0,01
B6		1	0,33	4	1,33
B7	Incertitude sur la température de référence $0,03^\circ\text{C}$	0,3	0,15	1,2	0,6
B8	Stabilité ($0,01^\circ\text{C}$)	0,1	0,03	0,4	0,13
B9	Homogénéité	0,1	0,03	0,4	0,13
B10	Etalonnage des cables	0,5	0,17	2	0,67
B11	Conversion $U \Rightarrow \theta^\circ\text{C}$	négligeable		négligeable	
Bn...					
Incertitude-type composée ($k = 1$)			$\pm 0,59 \mu\text{V}$		$\pm 1,94 \mu\text{V}$
Incertitude élargie exprimée en $^\circ\text{C}$ ($k = 2$)			$\pm 0,12^\circ\text{C}$		$\pm 0,10^\circ\text{C}$

Proposition de tableau des possibilités d'étalonnage :

	Domaine en mV (1)	Incertitude en μV (2)	Méthodes et moyens mis en œuvre
Indicateur pour couple thermoélectrique (mode récepteur) avec compensation de soudure froide	0 à 50 mV	de $\pm 1,2$ à ± 4	Méthode potentiométrique

(1) Les domaines de température équivalents sont, pour chaque couple thermoélectrique, déterminés conformément aux normes en vigueur.

(2) Afin d'obtenir l'incertitude d'étalonnage en $^{\circ}\text{C}$, l'incertitude en μV en sera convertie en $^{\circ}\text{C}$ et combinée avec la résolution, la répétabilité...propres à l'instrument. L'incertitude propre à la table de conversion utilisée devra également être prise en compte.

Note : Les calculs doivent être effectués en tension et convertis en température à la fin des calculs car la sensibilité d'un thermocouple varie avec la gamme de température.

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI