

Les initiatives du LNE pour la mise en place de références métrologiques en enthalpie de fusion et capacité thermique massique entre 23 °C et 3000 °C

Refat RAZOUK¹, Olivier BEAUMONT¹, Bruno HAY¹

¹Laboratoire National de Métrologie et d'Essais, Laboratoire Commun de Métrologie (LNE-CNAM),

29, avenue Roger Hennequin

78197 Trappes Cedex

France.

E-mail : refat.razouk@lne.fr

Résumé:

Pour assurer la traçabilité des mesures calorimétriques au système international d'unités (SI), et afin de combler le manque de matériaux de référence certifiés pour les analyseurs thermiques et calorimétriques, en particulier pour les mesures à haute température, le Laboratoire Commun de Métrologie (LNE-CNAM) s'est engagé dans le développement d'un moyen de référence métrologique en calorimétrie permettant des mesures précises en enthalpie de fusion et en capacité thermique massique sur la plage de température [23 °C, 1000 °C]. La solution métrologique retenue a été de modifier un calorimètre à flux, et de mettre au point des procédures d'étalonnage et de mesure afin d'atteindre des incertitudes de mesures suffisamment faibles pour la certification des matériaux de référence. Un système d'étalonnage haute température a été spécifiquement conçu et intégré dans le calorimètre pour permettre l'étalonnage des thermopiles par substitution électrique jusqu'à 1000 °C. Ce système permet de réaliser successivement des étalonnages par effet Joule et des mesures d'enthalpie de fusion, sans modification des conditions expérimentales. Il permet aussi de compenser les réactions endothermiques de fusion afin d'améliorer l'incertitude de mesure.

A hautes températures, le LNE-CNAM développe par ailleurs actuellement un deuxième moyen de référence métrologique pour la détermination de la capacité thermique massique des matériaux à très hautes températures (jusqu'à 3000 °C) par calorimétrie à chute. Dans ce dispositif, l'échantillon est placé en équilibre thermique dans un four inductif, également utilisé pour effectuer des mesures de diffusivité thermique par méthode flash laser, puis chute dans un bloc calorimétrique maintenu à une température proche de la température ambiante. Les conceptions du calorimètre et du système d'étalonnage par substitution électrique viennent d'être finalisées. Grâce à une construction modulaire, il sera possible in fine avec cette installation de mesurer la diffusivité thermique ou la capacité thermique massique de matériaux solides à très haute température avec une incertitude maîtrisée.

Cette communication décrit en détail les deux moyens de référence ainsi que les procédures d'étalonnage et de mesure mises en œuvre. Les résultats obtenus sur la détermination de l'enthalpie de fusion de plusieurs métaux et l'estimation des incertitudes de mesure sont présentés. Les premiers tests de la mise au point du calorimètre à chute à haute températures sont aussi présentés.

Mots clés : calorimétrie, étalonnage, enthalpie de fusion, haute température, métrologie.