

MÉTROLOGIE

L'étalonnage de haute teneur en humidité associé à des conditions de régime transitoire progresse

▼ Dans le cadre du projet européen de recherche en métrologie HIT, qui porte sur l'étude des mesures de haute teneur en humidité pouvant être associées à des conditions de régime transitoire, le Centre technique des industries aéronautiques et thermiques (Cetiat) a contribué à l'extension des gammes de fonctionnement de ses moyens d'étalonnage, et au développement d'un générateur d'échelons d'humidité pour mesurer les temps de réponse et réaliser des étalonnages dynamiques.

Le laboratoire d'hygrométrie du Centre technique des industries aéronautiques et thermiques (Cetiat), associé au Laboratoire national de métrologie et d'essais (LNE) pour maintenir et développer la référence nationale en hygrométrie, a pris part au projet européen de recherche en métrologie HIT (www.empir-hit.eu). Ce dernier porte sur l'étude des mesures de haute teneur en humidité pouvant être associées à des conditions de régime transitoire. La

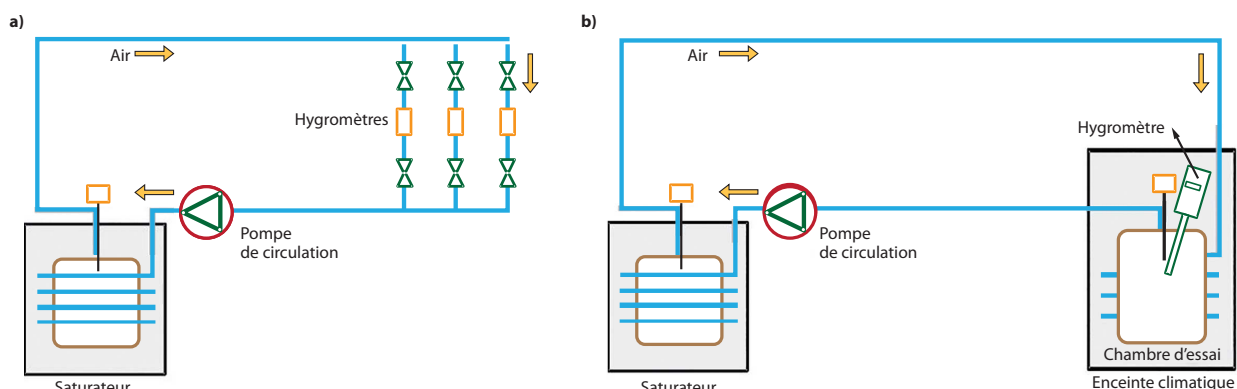
grande diversité des situations de mesure de l'humidité en milieu industriel peut les rendre particulièrement délicates en termes soit de conditions, haute température associée ou non avec une humidité élevée, soit de dynamique, selon la rapidité des phénomènes à mesurer.

Ces situations concernent, par exemple, les secteurs automobile et de l'électronique, où certains essais de qualification peuvent être réalisés à des températures de rosée voisines de $+90^{\circ}\text{C}$, les procé-

dés de séchage de matériaux, où les conditions de température souvent supérieures à $+100^{\circ}\text{C}$ conduisent à des difficultés de mesure et de définition de l'humidité relative couplées à des régimes fortement instationnaires, ou bien encore le secteur de l'agroalimentaire, où la mesure de l'activité de l'eau est un enjeu fort pour assurer la préservation des denrées transformées ou fabriquées.

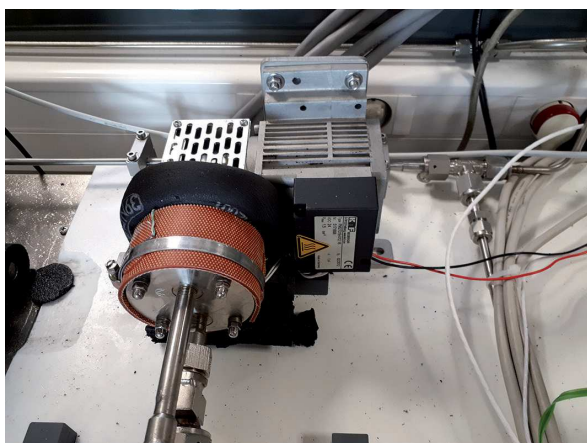
En regard de ces besoins, l'offre métrologique des laboratoires pour assurer la

Document 1. Configurations pour la réalisation d'étalonnage



Il existe deux principales configurations pour la réalisation d'étalonnage. Dans les deux cas, un saturateur immergé au sein d'un bain thermostaté – générateurs d'air humide pour les étalonnages en température de rosée/gelée (a) et en humidité relative (b) mis en œuvre au Cetiat – permet de contrôler l'humidité de l'air de sortie, qui est délivré aux hygromètres en étalonnage. Dans le cas d'un étalonnage en humidité relative, une chambre d'essai est placée dans une enceinte thermostatique et raccordée au saturateur, et elle accueille l'instrument à étalonner.

Document 2. Élément chauffant supplémentaire associé à son régulateur



Au cours du projet HIT, des adaptations ont permis d'étendre les gammes de fonctionnement des moyens d'étalonnage actuels. Pour éviter la présence de « points froids » dans le système lorsque la température de rosée atteint $+90^{\circ}\text{C}$, des dispositifs additionnels de chauffage, associés à leur régulateur, ont été intégrés.

traçabilité au Système international d'unités (SI) de ces mesurages demandait à être étoffée. Il existe en effet aujourd'hui des capteurs d'humidité avec des conditions opératoires et des spécifications associées qui ne peuvent être vérifiées et étalonnées par manque de références existantes. C'est pourquoi le consortium de ce projet, constitué de

quinze partenaires comprenant des laboratoires nationaux de métrologie, des universitaires et des industriels, a orienté les objectifs afin de développer de nouvelles références pour assurer la traçabilité des mesures d'humidité au-delà de $+100^{\circ}\text{C}$, des méthodes d'étalonnage en régime dynamique, pour des applications industrielles, des techniques et des instruments de mesure pour enregistrer les variations spatiales et temporelles d'humidité, ainsi qu'une technique de mesure, en ligne, de l'activité de l'eau et en assurer sa traçabilité au SI.

La génération de l'humidité

Le présent article se concentre sur la participation du Cetiati, au sein de ce projet, au travers de deux thématiques, à savoir l'extension des gammes de fonctionnement de ses moyens d'étalonnage, et le développement d'un générateur d'échelons d'humidité pour mesurer les temps de réponse et réaliser des étalonnages dynamiques. Les moyens actuels du laboratoire d'hygrométrie du Cetiati permettent de réaliser des étalonnages principalement en température de rosée/gelée et en humidité relative. Les gammes d'étalonnages vont de -80 à $+80^{\circ}\text{C}$ en température de rosée/gelée et de 5 à 95 % HR, pour des températures comprises entre -20 et $+90^{\circ}\text{C}$, en humidité relative. Le premier objectif du projet HIT pour le Cetiati consistait à augmenter la température de rosée/gelée, pour l'étalonnage, jusqu'à $+90^{\circ}\text{C}$; le second visait à monter la température jusqu'à $+140^{\circ}\text{C}$ pour les étalonnages en humidité relative.

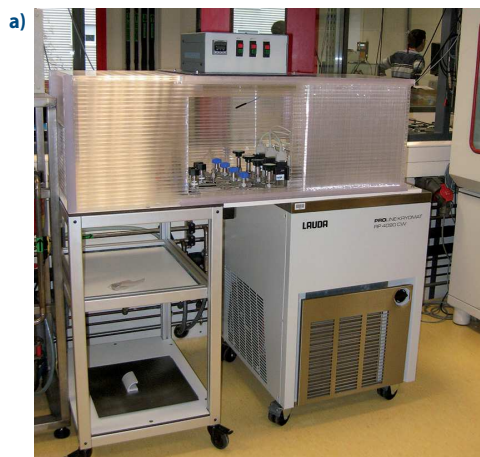
Les schémas de principe de la figure

dans le document 1 illustrent les deux principales configurations pour la réalisation d'étalonnage. Dans les deux cas, un saturateur immergé au sein d'un bain thermostaté permet de contrôler l'humidité de l'air de sortie, qui est délivré aux hygromètres en étalonnage. Ainsi la température de rosée de référence est directement liée à la température d'équilibre du saturateur ; cette valeur est mesurée au moyen d'une sonde à résistance de platine. Pour un étalonnage en température de rosée/gelée, les instruments sont directement connectés au saturateur. L'étalonnage consiste donc, à quelques termes de correction près, à comparer la valeur de référence en température de rosée/gelée mesurée dans le saturateur à celle indiquée par l'instrument.

Dans le cas d'un étalonnage en humidité relative, une chambre d'essais placée dans une enceinte thermostatique est raccordée au saturateur et accueille l'instrument à étalonner. Dans ce type de configuration, il est nécessaire de maîtriser et de mesurer la température de la chambre d'essais. La connaissance de la température de rosée générée combinée à celle de la température au voisinage de l'instrument en étalonnage permet en effet de déterminer la valeur de référence en humidité relative. L'étalonnage consiste donc, à quelques termes de correction près là aussi, à comparer la valeur de référence en humidité relative, calculée, à celle indiquée par l'instrument.

Au cours du projet HIT, des adaptations, telles que celles présentées dans le document 2, ont permis d'étendre les

Document 3. Capot de confinement pour les températures de rosée



Les bancs d'étalonnage sont équipés de capots de confinement, qui sont régulés en température au moyen de sources de chauffage intégrées sur la face supérieure des capots. L'élévation de la température de rosée à $+80^{\circ}\text{C}$ (a) et $+90^{\circ}\text{C}$ (b) a nécessité de concevoir de nouveaux capots ayant une isolation thermique supérieure et une meilleure homogénéité en température.

gammes de fonctionnement des moyens d'étalonnage actuels. L'augmentation de la température de rosée jusqu'à +90°C conduit en effet à davantage de vigilance quant à la présence de «points froids» dans le système. Ceux-ci pouvant entraîner l'apparition de condensation parasite et

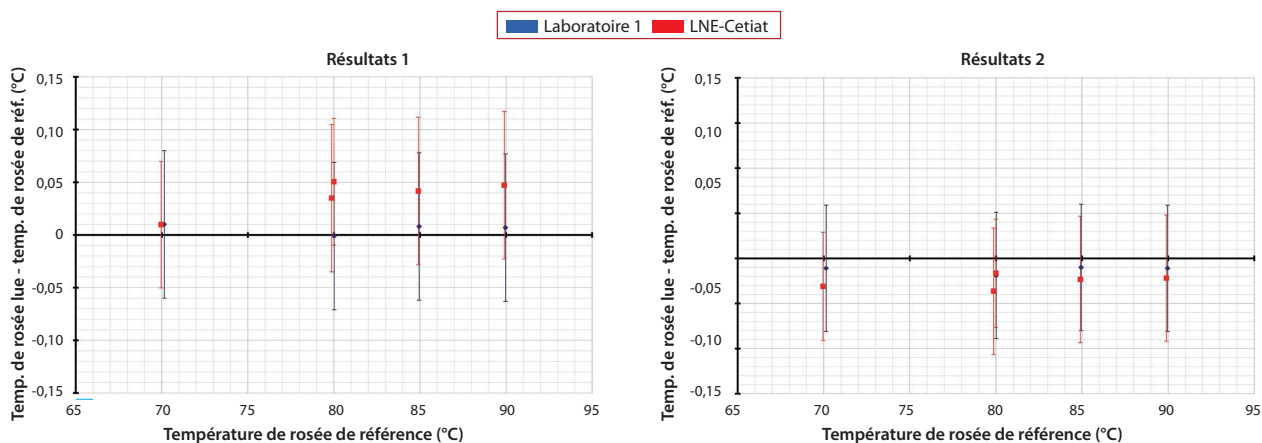
modifier ainsi l'humidité de l'air délivré aux hygromètres en étalonnage. Pour y remédier, des dispositifs additionnels de chauffage ont donc été intégrés. Selon la même logique, les tuyaux de distribution et de raccordement, ainsi que les vannes d'arrêt et de réglage doivent être conditionnés dans une ambiance dont

la température doit être nettement supérieure à celle de la température de rosée délivrée aux instruments.

Validation des extensions de température

C'est pourquoi les bancs d'étalonnage sont équipés de capots de confinement,

Document 4. Résultats de la CIL pour la gamme allant de +70 à +90°C



Pour valider cette extension de gamme d'étalonnage, une comparaison inter-laboratoires (CIL) a été réalisée pour des températures de rosée/gelée s'étendant de -20 à +90°C. Deux hygromètres à miroir refroidi ont été utilisés. Les résultats ont abouti à des valeurs d'écart normalisé E_n inférieures à 0,6, pour les deux instruments (ici, pour la gamme allant de +70 à +90°C).

Disponible sur
vos tablettes et smartphones

mesures

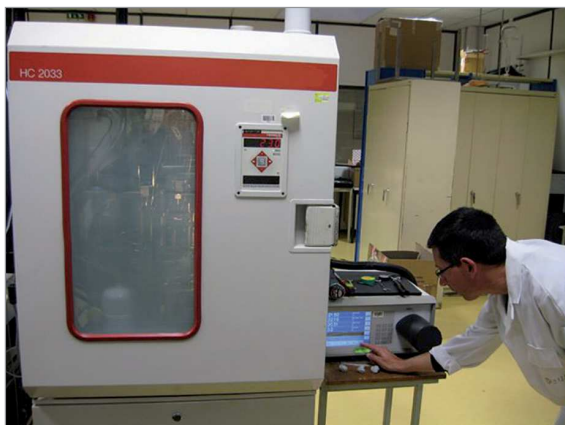
Disponible sur
App Store

Google play



OPTIMISATION DES PROCESS INDUSTRIELS

Document 5. Enceinte thermostatique intégrant la chambre d'essais



Pour l'extension jusqu'à $+140^{\circ}\text{C}$, portant sur la température des étalonnages en humidité relative, les travaux ont consisté essentiellement en une caractérisation plus étendue du moyen existant. Ce travail s'est prolongé avec la définition de l'humidité relative pour des températures supérieures à $+100^{\circ}\text{C}$. On voit ici l'enceinte thermostatique intégrant la chambre d'essais (à gauche) et le détail de la chambre d'essais (à droite).

comme illustré sur les photographies du document 3. Ceux-ci sont régulés en température au moyen de sources de chauffage intégrées sur la face supérieure des capots. L'élévation de la température de rosée à $+90^{\circ}\text{C}$ a nécessité de concevoir de nouveaux capots ayant une isolation thermique supérieure et une meilleure homogénéité en température. Pour valider cette extension de gamme d'étalonnage, une comparaison inter-laboratoires (CIL) a été réalisée pour des températures de rosée/gelée s'étendant de -20 à $+90^{\circ}\text{C}$. Pour ce faire, deux hygromètres à miroir refroidi ont été utilisés. Les résultats, exprimés au travers de l'analyse de l'écart normalisé $En^{(*)}$, ont abouti à des valeurs de En inférieures à 0,6, pour les deux instruments et pour l'ensemble de la

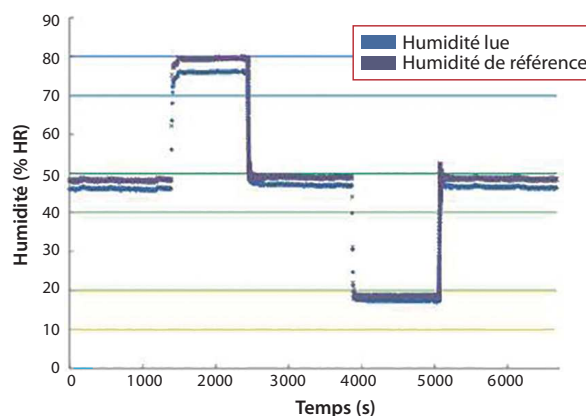
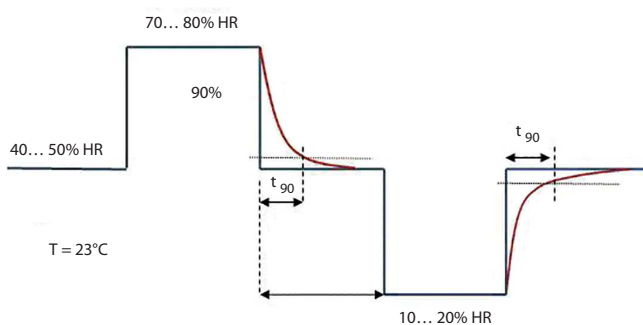
gamme couverte par la CIL (voir document 4).

Pour l'extension jusqu'à $+140^{\circ}\text{C}$, portant sur la température des étalonnages en humidité relative, les travaux sur ce sujet ont consisté essentiellement en une caractérisation plus étendue du moyen existant. En outre, ce travail s'est prolongé avec la définition de l'humidité relative pour des températures supérieures à $+100^{\circ}\text{C}$ (voir document 5). Ceci a également fait l'objet d'une CIL dont les résultats seront présentés au prochain congrès TEMPMEKO 2019 (www2.tempmeko2019.com). À l'issue de ce projet, les gammes d'étalonnage s'étendent maintenant de -80 à $+90^{\circ}\text{C}$ en température de rosée/gelée et de 5 à 95 % HR, pour des températures comprises entre -20 et $+140^{\circ}\text{C}$, en humidité relative. La combinaison

humidité relative/température est cependant limitée à la valeur maximale de $+90^{\circ}\text{C}$, pour la température de rosée, et à des conditions voisines de la pression atmosphérique.

Afin de contrôler les conditions opératoires et de produire des incertitudes les plus faibles possibles, les bancs d'étalonnage sont conçus pour générer les niveaux d'humidité les plus stables possibles. Toutefois les conditions expérimentales de mesure, en particulier dans un contexte industriel, sont significativement différentes de cette situation idéale, et les phénomènes transitoires y sont plus fréquents que les régimes stabilisés. Contrairement à une grandeur telle que la température, il existe peu de méthodes ou de dispositifs permettant d'étudier les temps de réponse des hygromètres. L'évaluation

Document 6. Échelons de référence appliqués et réponse de l'hygromètre



Le Cetiati a conçu un banc d'essais permettant l'évaluation du temps de réponse des hygromètres suite à l'application d'échelons d'humidité de référence, pour différents niveaux de température.

Tendances issues des premiers essais

| Effet étudié | Évolution de l'effet | Évolution du temps de réponse |
|-------------------------------------|----------------------|-------------------------------|
| Température environnante | ↘ | ↗ |
| | ↗ | ↘ |
| Débit d'air dans la chambre d'essai | ↘ | ↗ |
| | ↗ | ↘ |
| Filtre autour de l'élément sensible | Absent | ↘ |
| | Présent | ↗ |
| Sens de l'échelon d'humidité | Croissant | ↘ |
| | Décroissant | ↗ |

de ce paramètre est en effet une des premières étapes pour apprécier l'adéquation de son moyen de mesure vis-à-vis des phénomènes observés.

De nouvelles références en humidité

Le Cetiat a conçu un banc d'essais permettant l'évaluation du temps de réponse des hygromètres suite à l'application d'échelons d'humidité, pour différents niveaux de température (voir document 6). Le banc est constitué d'une génération d'air humide et d'une génération d'air sec, les deux étant associées à des régulateurs de débit, ainsi que d'une platine de distribution équipée de vannes à commutation rapide et d'une chambre d'essais, recevant l'hygromètre en test et placée dans une enceinte thermostatique pour contrôler l'environnement thermique (voir document 7). Les valeurs de référence sont mesurées au moyen d'un hygromètre à miroir refroidi et d'une sonde à résistance de platine placée à proximité de l'hygromètre en test. Les premiers essais réalisés ont permis de retrouver expérimentalement les tendances pressenties (voir tableau ci-dessus). Les résultats préliminaires obtenus à l'issue de ce projet nécessiteront d'être analysés dans un futur proche pour permettre une exploitation plus poussée.

Outre les quelques travaux du Cetiat résumés succinctement ici, le projet européen de recherche en métrologie HIT a également permis le développement de nouvelles références en humidité pour les hautes températures et l'évaluation des hygromètres en régimes transitoires – tous ces travaux et bien d'autres sont accessibles gratuitement sur le site internet du projet. L'institut de métrologie national néer-

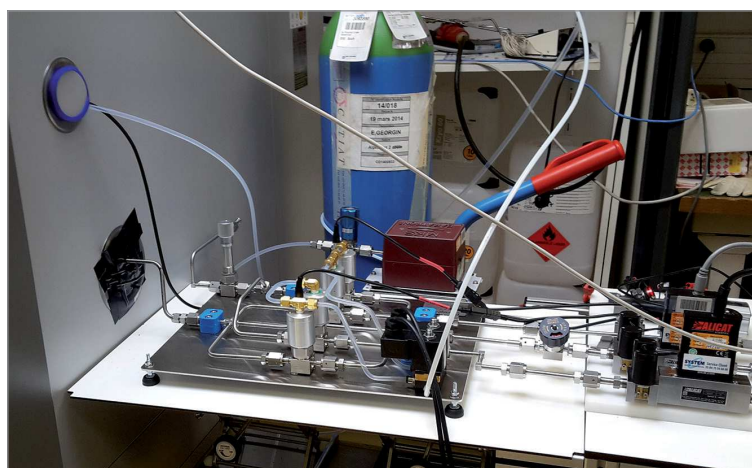
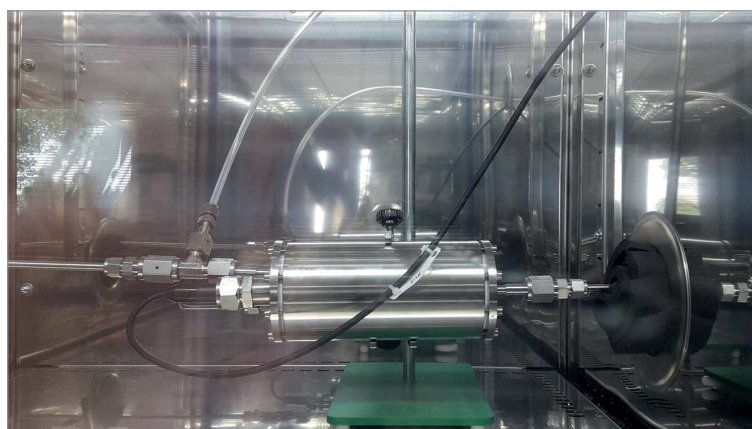
landais VSL a ainsi développé des moyens permettant d'accéder à des températures de +180°C et des températures de rosée de +150°C sous une pression de 600 kPa. L'Istituto Nazionale di Ricerca Metrologica (INRiM) italien a étendu ses capacités à des températures de +180°C et des températures de rosée de +140°C sous une pression de

600 kPa. Le centre de recherche technique finlandais VTT Mikes, lui, a proposé une méthodologie originale pour étalonner en dynamique les hygromètres en appliquant une rampe d'humidité contrôlée en température. Le Danish Technological Institute (DTI) du Danemark propose maintenant un service d'étalonnage pour la mesure de l'activité de l'eau. Enfin l'institut de métrologie national allemand PTB et l'université de Darmstadt (Allemagne) ont conçu un appareil de mesure de l'humidité, utilisable in situ, adapté aux conditions extrêmes de température, d'humidité et en environnement chargé en particules.

Éric Georgin, chargé d'études à la direction EF, Pôle MI du Cetiat
Article adapté par Cédric Lardière

(*) Si $|En| \leq 1$, alors les laboratoires sont jugés compatibles en termes de résultats et d'incertitudes associées et, si $|En| > 1$, les résultats ne sont pas compatibles.

Document 7. Banc d'essais pour l'évaluation des temps de réponse des hygromètres



Le banc d'essais est constitué d'une génération d'air humide et d'une génération d'air sec, les deux étant associées à des régulateurs de débit, ainsi que d'une platine de distribution équipée de vannes à commutation rapide et d'une chambre d'essais, recevant l'hygromètre en test et placée dans une enceinte thermostatique pour contrôler l'environnement thermique.