COMITÉ CONSULTATIF DE THERMOMÉTRIE

SESSION DE 1971



COMITÉ CONSULTATIF DE THERMOMÉTRIE

9° **SESSION** — **1971** (6-7 juillet)



BUREAU INTERNATIONAL DES POIDS ET MESURES Pavillon de Breteuil, F 92310 Sèvres, France Dépositaire: OFFILIB, 48 rue Gay-Lussac, F 75005 Paris



NOTICE HISTORIQUE

Les organes de la Convention du Mètre

Le Bureau International, le Comité International et la Conférence Générale des Poids et Mesures

Le Bureau International des Poids et Mesures (B.I.P.M.) a été créé par la Convention du Mètre signée à Paris le 20 mai 1875 par dix-sept États, lors de la dernière séance de la Conférence Diplomatique du Mètre. Cette Convention a été modifiée en 1921.

Le Bureau International a son siège près de Paris, dans le domaine (43 520 m²) du Pavillon de Breteuil (Parc de Saint-Cloud) mis à sa disposition par le Gouvernement français; son entretien est assuré à frais communs par les États membres de la Convention du Mètre (¹).

Le Bureau International a pour mission d'assurer l'unification mondiale des mesures physiques; il est chargé:

- d'établir les étalons fondamentaux et les échelles des principales grandeurs physiques et de conserver les prototypes internationaux;
 - d'effectuer la comparaison des étalons nationaux et internationaux;
 d'assurer la coordination des techniques de mesure correspondantes;
- d'effectuer et de coordonner les déterminations relatives aux constantes physiques fondamentales.

Le Bureau International fonctionne sous la surveillance exclusive du Comité International des Poids et Mesures (C.I.P.M.), placé lui-même sous l'autorité de la Conférence Générale des Poids et Mesures (C.G.P.M.).

La Conférence Générale est formée des délégués de tous les États membres de la Convention du Mètre et se réunit au moins une fois tous les six ans. Elle reçoit à chacune de ses sessions le Rapport du Comité International sur les travaux accomplis, et a pour mission:

- de discuter et de provoquer les mesures nécessaires pour assurer la propagation et le perfectionnement du Système International d'Unités (SI), forme moderne du Système Métrique;
- de sanctionner les résultats des nouvelles déterminations métrologiques fondamentales et les diverses résolutions scientifiques de portée internationale;
- d'adopter les décisions importantes concernant l'organisation et le développement du Bureau International.

Le Comité International est composé de dix-huit membres appartenant à des États différents; il se réunit au moins une fois tous les deux ans. Le burcau de ce Comité adresse aux Gouvernements des États membres de la Convention du Mètre un Rapport Annuel sur la situation administrative et financière du Burcau International.

Limitées à l'origine aux mesures de longueur et de masse et aux études métrologiques en relation avec ces grandeurs, les activités du Bureau International ont été étendues aux étalons de mesure électriques (1927), photométriques (1937) et des rayonnements ionisants (1960). Dans ce but, un agrandissement des premiers laboratoires construits en 1876-1878 a eu lieu en 1929 et deux nouveaux bâtiments ont été construits en 1963-1964 pour les laboratoires de la Section des rayonnements ionisants.

Une trentaine de physiciens ou techniciens travaillent dans les laboratoires du Bureau International; ils font des recherches métrologiques ainsi que des mesures dont les résultats sont consignés dans des certificats portant sur des étalons des grandeurs ci-dessus. Le budget annuel du Bureau International est de l'ordre de 3 000 000 de francs-or, soit environ 1 000 000 de dollars U.S.

⁽¹) Au 31 décembre 1971, quarante et un États sont membres de cette Convention: Afrique du Sud, Allemagne, Amérique (É.-U. d'), Argentine (Rép.), Australie, Autriche, Belgique, Brésil, Bulgarie, Cameroun, Canada, Chili, Corée, Danemark, Dominicaine (Rép.), Espagne, Finlande, France, Hongrie, Inde, Indonésie, Irlande, Italie, Japon, Mexique, Norvège, Pays-Bas, Pologne, Portugal, République Arabe Unie, Roumanie, Royaume-Uni, Suède, Suisse, Tchécoslovaquie, Thaïlande, Turquie, U.R.S., Uruguay, Vénézuéla, Yongoslavie.

Devant l'extension des tâches confiées au Bureau International, le Comité International a institué depuis 1927, sous le nom de Comités Consultati/s, des organes destinés à le renseigner sur les questions qu'il soumet, pour avis, à leur examen. Ces Comités Consultatifs, qui peuvent créer des « Groupes de travail » temporaires ou permanents pour l'étude de sujets particuliers, sont chargés de coordonner les travaux internationaux effectués dans leurs domaines respectifs et de proposer des recommandations concernant les modifications à apporter aux définitions et aux valeurs des unités, en vue des décisions que le Comité International est amené à prendre directement ou à soumettre à la sanction de la Conférence Générale pour assurer l'unification mondiale des unités de mesure.

Les Comités Consultatifs ont un règlement commun (Procès-Verbaux C.I.P.M., 31, 1963, p. 97). Chaque Comité Consultatif, dont la présidence est généralement confiée à un membre du Comité International, est composé d'un délégué de chacun des grands Laboratoires de métrologie et des Instituts spécialisés dont la liste est établie par le Comité International, de membres individuels désignés également par le Comité International et d'un représentant du Bureau International. Ces Comités tiennent leurs sessions à des intervalles irréguliers; ils sont actuellement au nombre de sept:

- 1. Le Comité Consultalif d'Électricilé (C.C.E.), créé en 1927.
- 2. Le Comité Consultatif de Photométrie et Radiométrie (C.C.P.R.), nouveau nom donné en 1971 au Comité Consultatif de Photométrie (C.C.P.) créé en 1933 (de 1930 à 1933 le Comité précédent (C.C.E.) s'est occupé des questions de photométrie).
 - 3. Le Comité Consultatif de Thermométrie (C.C.T.), créé en 1937.
 - 4. Le Comité Consultatif pour la Définition du Mètre (C.C.D.M.), créé en 1952.
 - 5. Le Comité Consultatif pour la Définition de la Seconde (C.C.D.S.), créé en 1956.
- 6. Le Comité Consultatif pour les Étalons de Mesure des Rayonnements Ionisants (C.C.E.M.R.I.), créé en 1958. Depuis 1969 ce Comité Consultatif est constitué de quatre sections: Section I (Mesure des rayons X et γ), Section II (Mesure des radionucléides), Section III (Mesures neutroniques), Section IV (Étalons d'énergie α).
 - 7. Le Comité Consultatif des Unités (C.C.U.), créé en 1964.

Les travaux de la Conférence Générale, du Comité International, des Comités Consultatifs et du Bureau International sont publiés par les soins de ce dernier dans les collections suivantes:

- Comptes rendus des séances de la Conférence Générale des Poids et Mesures;
- Procès-Verbaux des séances du Comité International des Poids et Mesures;
- Sessions des Comités Consultatifs;
- Recueil de Travaux du Bureau International des Poids et Mesures (ce Recueil rassemble les articles publiés dans des revues et ouvrages scientifiques et techniques, ainsi que certains travaux publiés sous forme de rapports multicopiés).

Le Bureau International publie de temps en temps, sous le titre Les récents progrès du Système Métrique, un rapport sur les développements du Système Métrique (SI) dans le monde.

La collection des *Travaux et Mémoires du Bureau International des Poids et Mesures* (22 tomes publiés de 1881 à 1966) a été arrêtée en 1966 par décision du Comité International.

Depuis 1965 la revue internationale *Metrologia*, éditée sous les auspices du Comité International des Poids et Mesures, publie des articles sur les principaux travaux de métrologie scientifique effectués dans le monde, sur l'amélioration des méthodes de mesure et des étalons, sur les unités, etc., ainsi que des rapports concernant les activités, les décisions et les recommandations des organes de la Convention du Mètre.

Comité International des Poids et Mesures

Secrétaire J. de Boer Vice-Président
J. V. Dunworth

Président J. M. Otero

LISTE DES MEMBRES

DU

COMITÉ CONSULTATIF DE THERMOMÉTRIE

Président

H. Preston-Thomas, Membre du Comité International des Poids et Mesures; Assistant Director, Division of Physics, Conseil National de Recherches, Ottawa.

Membres

Conseil National de Recherches [N.R.C.], Ottawa.

Conservatoire National des Arts et Métiers [C.N.A.M.], Paris.

Deutsches Amt für Messwesen und Warenprüfung [D.A.M.W.], Berlin.

Institut de Métrologie D.I. Mendéléev [I.M.M.], Leningrad.

Institut des Mesures Physicotechniques et Radiotechniques [I.M.P.R.], Moscou.

Istituto di Metrologia G. Colonnetti, Turin.

KAMERLINGH ONNES LABORATORIUM [K.O.L.], Leiden.

NATIONAL BUREAU OF STANDARDS [N.B.S.], Washington.

NATIONAL PHYSICAL LABORATORY [N.P.L.], Teddington (Grande-Bretagne).

NATIONAL RESEARCH LABORATORY OF METROLOGY [N.R.L.M.], Tokyo. NATIONAL STANDARDS LABORATORY [N.S.L.], Chippendale (Australie). Physikalisch-Technische Bundesanstalt [P.T.B.], Braunschweig.

- J. de Boer, Secrétaire du Comité International des Poids et Mesures; Directeur, Instituut voor Theoretische Fysica, *Amsterdam*.
- F. G. Brickwedde, Professor of Physics, Pennsylvania State University, *Pennsylvania*.
- M. Colomina, Institut National de Chimie Physique Antonio de Gregorio Rocasolano, Madrid.
- J. Skakala, Directeur de recherche, Institut Métrologique Tchécoslovaque, Bratislava.
- Le directeur du Bureau International des Poids et Mesures [B.I.P.M.], Sèvres.



ORDRE DU JOUR DE LA SESSION

- 1. Échelle Internationale Pratique de Température de 1968 (E.I.P.T.-68).
 - a. Situation de l'E.I.P.T.-68 dans les laboratoires nationaux.
 - b. Imperfections de l'E.I.P.T.-68.
 - c. Corrections au texte de l'E.I.P.T.-68.
 - d. Amélioration des techniques se rapportant aux « Renseignements complémentaires » donnés dans l'E.I.P.T.-68.
- 2. Nouvelles déterminations des températures thermodynamiques.
- 3. Progrès dans les techniques de mesure de la température.
 - a. Thermomètres à résistance aux températures élevées.
 - b. Nouvelles tables pour les thermocouples Pt-Rh/Pt.
 - Rapport sur la comparaison internationale de thermomètres à résistance de germanium.
 - d. Comparaison internationale des échelles du pyromètre optique.
 - e. Erreurs dans les échelles des thermomètres à tension de vapeur de l'hélium.
 - f. Questions diverses.
- 4. Questions particulières soulevées par les communications présentées au « 5th Symposium on Temperature Measurement » (Washington, juin 1971).
- 5. Modifications éventuelles de l'E.I.P.T.-68.
 - a. Extension vers les basses températures.
 - b. Changements dans le domaine entre $T_{68}=13{,}81~\mathrm{K}$ et $t_{68}=1~064{,}43~\mathrm{^oC}$.
 - c. Modifications résultant de 1d.
- Établissement et mise à jour permanente des documents pour la révision de l'E.I.P.T.-68.
- 7. Groupes de travail.
 - a. Dissolution des anciens Groupes.
 - b. Constitution de nouveaux Groupes.
- 8. Questions diverses.
 - a. Nouvelles comparaisons internationales de thermomètres à résistance de germanium au-dessous de 35 K.
 - b. Étalonnages au niveau des étalons secondaires.
 - c. Température des plasmas.
 - d. Point de congélation de Al₂O₃.
 - e. Recherches recommandées.
 - f. Documents pour les réunions ultérieures du C.C.T.
- 9. Rapport au Comité International des Poids et Mesures.
- 10. Publication des documents soumis au C.C.T.

9° SESSION (1971)

RAPPORT

AU

COMITÉ INTERNATIONAL DES POIDS ET MESURES

Par M. DURIEUX, Rapporteur

Le Comité Consultatif de Thermométrie (C.C.T.) s'est réuni pour sa 9e session au Bureau International des Poids et Mesures, à Sèvres, où il a tenu quatre séances les 6 et 7 juillet 1971. Une visite des laboratoires du Bureau International a eu lieu le 8 juillet 1971 au matin.

Étaient présents:

H. Preston-Thomas, membre du C.I.P.M., président du C.C.T.

Les délégués des laboratoires membres:

Conseil National de Recherches [N.R.C.], Ottawa (R. E. Bedford). Conservatoire National des Arts et Métiers [C.N.A.M.], Paris (A. Moser).

Institut des Mesures Physicotechniques et Radiotechniques [I.M.P.R.], Moscou (M^{me} M. Orlova).

Istituto di Metrologia G. Colonnetti [I.M.G.C.], Turin (L. CROVINI). Kamerlingh Onnes Laboratorium [K.O.L.], Leiden (M. DURIEUX). National Bureau of Standards [N.B.S.], Washington (R. P. Hudson). National Physical Laboratory [N.P.L.], Teddington (P. Dean, T. J. Quinn).

National Standards Laboratory [N.S.L.], Chippendale (W. R. G. Kemp).

Physikalisch-Technische Bundesanstalt [P.T.B.], Braunschweig (W. Thomas).

Les membres nominativement désignés:

- F. G. Brickwedde (Pennsylvania).
- J. Skakala (Bratislava).

Le directeur du Bureau International (J. TERRIEN).

Assistaient aussi à la session: P. Giacomo, sous-directeur du Bureau International, J. Bonhoure et G. Girard (Bureau International); M^{me} N. Oulanova, interprète.

Excusés: National Research Laboratory of Metrology [N.R.L.M.], Tokyo (S. Takata). M. Colomina (Madrid), membre nominativement désigné.

Absents: Deutsches Amt für Messwesen und Warenprüfung [D.A.M.W.], Berlin; Institut de Métrologie D. I. Mendéléev [I.M.M.], Leningrad. J. de Boer (Amsterdam), membre nominativement désigné.

Mr Durieux est nommé rapporteur.

En ouvrant la première séance, le *Président* évoque la mémoire de trois membres décédés depuis la précédente session: J. A. Hall (janvier 1968), M. Debure (mars 1969) et C. R. Barber (mars 1971); ils avaient participé depuis de nombreuses années aux travaux du C.C.T. et leur disparition est vivement ressentie.

Avant d'aborder la discussion du point 1 de l'ordre du jour, le *Président* attire l'attention du C.C.T. sur le point 7b et propose qu'un certain nombre de groupes de travail soient créés. Le Président espère ainsi éviter des discussions trop détaillées, l'étude des sujets spéciaux pouvant être confiée aux Groupes de travail.

1. Échelle Internationale Pratique de Température de 1968 (E.I.P.T.-68)

a) Situation de l'E.I.P.T.-68 dans les laboratoires nationaux

Le *Président* rappelle que cette réunion du C.C.T. avait été proposée par feu C. R. Barber pour faire le point sur la situation actuelle de l'E.I.P.T.-68 dans les différents laboratoires nationaux.

Les instituts suivants ont présenté des documents (*) sur ce sujet:

N.S.L.	Document 71-12	C.N.A.M.	Document 71-32
I.M.G.C.	71-13	N.R.L.M.	71-33
N.P.L.	71-19	K.O.L.	71-50
N.B.S.	71-21	I.M.P.R.	71-53
D.A.M.W.	71-27	N.R.C.	71-64

^(*) La liste de tous les documents présentés à cette session est donnée à l'Annexe T 1, p. T 27. Ces documents sont publiés ou résumés dans les Annexes T 2 à T 59.

Bien qu'après l'introduction de l'E.I.P.T.-68 des progrès notables aient été faits dans la réalisation de l'Échelle, la plupart des laboratoires n'ont pas encore réalisé tous les points fixes au-dessous de 90 K; ces laboratoires remplacent alors l'E.I.P.T.-68 par des « échelles nationales de thermomètres à résistance de platine » associées à une table des différences admises entre ces échelles et l'E.I.P.T.-68.

Le *Président* note que dans les cas où l'E.I.P.T.-68 a été réalisée dans les divers laboratoires, on ne connaît pas exactement la précision de ces réalisations; des comparaisons internationales de thermomètres étalonnés sont donc souhaitables.

b) Imperfections de l'E.I.P.T.-68

On discute de la définition du point d'ébullition du néon dans l'E.I.P.T.-68. Cette définition est incomplète, car elle ne spécifie pas si la composition isotopique naturelle du néon s'applique à la phase liquide ou gazeuse (voir les Documents 71-23, 28 et 59).

Mr Hudson demande si l'on peut définir l'E.I.P.T. au-dessous de 90 K d'une façon plus simple ou plus élégante. Mr Dean trouve aussi que la formulation de l'E.I.P.T.-68 au-dessous de 90 K est difficile à comprendre pour les nouveaux venus dans ce domaine. Le Président répond que la nature de la relation résistance-température du platine nécessite peut-être bien un processus d'étalonnage assez complexe, mais indique qu'au-dessus de 0 °C une partie de la complexité de l'E.I.P.T.-68 pourrait être due aux écarts de l'E.I.P.T.-68 par rapport à la température thermodynamique.

Mr Brickwedde mentionne le Document 71-2 dans lequel on propose de remplacer $T_{68}=273,15~{\rm K}$ ($t_{68}=0$ °C) par la température du point triple de l'eau chaque fois qu'il apparaît dans la définition de l'E.I.P.T.-68 (par exemple dans l'expression $W=R/R(273,15~{\rm K})$). Tout le monde s'accorde à penser que c'est plus direct, mais qu'un tel changement doit être reporté à une prochaine révision générale de l'E.I.P.T.-68.

Bien que cela ne concerne pas la définition de l'E.I.P.T.-68 elle-même, Mr *Kemp* mentionne ici qu'il aimerait voir figurer dans la liste des points fixes secondaires les incertitudes admises pour leurs températures. Cette question est soumise au Groupe de travail 2 (voir 7b).

c) Corrections à apporter au texte de l'E.I.P.T.-68

On a proposé un certain nombre de corrections rédactionnelles au texte de l'E.I.P.T.-68 (voir aussi le Document 71-3). La question est soumise au Groupe de travail 1 (voir 7b).

d) Améliorations des techniques se rapportant aux « Renseignements complémentaires » donnés dans l'E.I.T.P.-68

Les divers documents traitant de la réalisation des points fixes sont évoqués:

Documents

Point triple de l'oxygène	71-4, 71-37, 71-60
Eutectiques binaires métalliques	71-7
Points de transition de l'oxygène solide	71-8
Points de congélation de l'aluminium et de l'antimoine	71-11, 71-30
Point de congélation du platine	71-20
Point d'ébullition du néon	71-23, 71-46, 71-59
Point triple de l'argon	71-24
Point de congélation de l'or	71-31
Point triple de l'hydrogène	71-34, 71-46, 71-56
Point d'ébullition de l'hydrogène	71-46
Point triple du néon	71-59
Point d'ébullition de l'oxygène	71-60

Mr Bedford souligne qu'au cours de l'une de ces recherches (Document 71-37) on a trouvé que l'oxygène de différentes provenances donnait des différences significatives pour la température du point triple. Mr Crovini et Mr Bedford attirent l'attention sur des expériences concernant le point de congélation de l'antimoine (Documents 71-11 et 30); d'après ces expériences, il apparaît que lors de travaux antérieurs l'oxygène dissous dans l'antimoine a conduit à une valeur trop basse pour ce point fixe secondaire dans l'E.I.P.T.-68.

Mr Crovini souligne la difficulté de déterminer la longueur d'onde effective des pyromètres optiques au-dessus du point de l'or (Documents 71-14, 29 et 38). Le Président pense que ce sujet est trop complexe pour être évoqué dans l'E.I.P.T.

Mr Bedford attire l'attention sur les expériences faites au N.R.C. sur le recuit et l'étalonnage des thermocouples Pt-Rh/Pt, qui montrent que des erreurs inattendues peuvent survenir (Document 71-65).

2. Nouvelles déterminations de températures thermodynamiques

En relation avec le résultat de Guildner (N.B.S.) qui a trouvé que la température thermodynamique du point d'ébullition de l'eau était nettement plus basse que la valeur indiquée dans l'E.I.P.T.-68 (Document 71-39), Mr *Thomas* rappelle que des mesures au thermomètre à gaz effectuées à la P.T.B. en 1956 avaient donné un résultat analogue (Document 71-63).

Plusieurs membres décrivent les mesures des températures thermodynamiques dans leur institut. Mr Kemp parle des mesures effectuées au N.S.L. avec le thermomètre à gaz entre 2 K et 16 K qui ont abouti à l'échelle de température du N.S.L. dans ce domaine (Document 71-10). Mr Dean attire l'attention sur les résultats obtenus au N.P.L. avec un thermomètre acoustique à basse fréquence aux points d'ébullition de

l'hélium et de l'hydrogène (Document 71-18). Mr Crovini dit qu'il espère avoir dans les quelques prochaines années les résultats des mesures effectuées avec un thermomètre à bruit d'agitation thermique entre le point de l'antimoine et le point de l'or. Mr Terrien mentionne les mesures faites au B.I.P.M. à la température du point de l'or avec un pyromètre optique travaillant à une longueur d'onde de 1 μm (Document 71-31). Pour les autres recherches de ce genre voir les Documents 71-16, 31, 36 et 47, ainsi que 40, 45 et 51.

En relation avec cette liste de nouvelles déterminations des températures thermodynamiques, M^{me} Orlova demande comment furent choisies les valeurs des températures pour les points fixes dans l'E.I.P.T.-68, en particulier au-dessous de 0 °C. Cela est en partie expliqué au cours d'une discussion ultérieure. M^{me} Orlova regrette que ces renseignements ne soient pas disponibles.

3. Progrès dans les techniques de mesure de la température

a) Thermomètres à résistance aux températures élevées

Le *Président* rappelle que lors des précédentes réunions du C.C.T. on avait discuté de la possibilité de remplacer le thermocouple Pt-Rh/Pt par le thermomètre à résistance de platine aux températures élevées.

Mr Hudson, se référant aux Documents 71-25 et 43, indique qu'on a découvert que la cristallisation du platine a lieu même à des températures relativement basses (400 à 500 °C) si l'on maintient le thermomètre à résistance de platine à ces températures pendant un temps prolongé; cette cristallisation augmente considérablement les risques de modification de l'étalonnage du thermomètre.

Mr Quinn attire l'attention sur le Document 71-17, dans lequel on montre que les thermomètres à résistance de platine pour les températures élevées ont, jusqu'au point de l'or, une reproductibilité de \pm 0,01 K; cette reproductibilité est environ dix fois meilleure que celle du thermocouple Pt-Rh/Pt. Il lui semble qu'il y aurait un avantage considérable à remplacer le thermocouple par le thermomètre à résistance de platine.

Mr Bedford souligne que les travaux sur les thermomètres à résistance de platine aux températures élevées sont poursuivis au N.R.C. (Document 71-66) et Mr Brickwedde attire l'attention sur le Document 71-35 du N.R.L.M. qui décrit l'utilisation d'un thermomètre à résistance de platine de $25~\Omega$ jusqu'au point de l'or.

Le *Président* reconnaît que l'utilisation du thermocouple n'est pas satisfaisante, mais il souligne le coût élevé des thermomètres à résistance de platine pour les températures élevées et leur durée de vie relativement courte comparée à celle des thermocouples qui sont en outre peu onéreux.

Il mentionne également la possibilité d'étendre vers le bas la pyrométrie optique, peut-être jusqu'à 660 °C (voir également 5 b).

b) Nouvelles tables pour les thermocouples Pt-Rh/Pt

Mr Bedford signale de nouvelles tables pour la relation force électromotrice-température des thermocouples Pt-Rh/Pt (Document 71-67); pour les thermocouples courants, ces tables sont considérées comme bien plus représentatives que les anciennes tables du N.B.S. (1930) ou du N.P.L. (1952).

Mr Quinn remarque que lorsqu'on utilise ces nouvelles tables il existe une discontinuité dans la pente de l'E.I.P.T.-68 au point de l'or et à $t_{68}=630,74$ °C. On peut supprimer ces discontinuités en augmentant de 0,25 K la température du point de l'argent dans l'E.I.P.T.-68.

Le *Président* rappelle que lors de l'établissement de l'E.I.P.T.-68, on a choisi pour les points fixes les « meilleures valeurs » d'après les déterminations au thermomètre à gaz et que l'on n'a pas tenu compte des discontinuités mentionnées plus haut.

c) Rapport sur la comparaison internationale de thermomètres à résistance de germanium

Mr Kemp parle de son rapport (Document 71-10) sur la comparaison des échelles du N.B.S. (thermomètre acoustique), de l'I.M.P.R. (thermomètre à gaz), de l'I.S.U. (Iowa State University, thermomètre magnétique), du N.S.L. (thermomètre à gaz) et du K.O.L. (thermomètre magnétique) dans le domaine 2 K - 20 K au moyen d'un échange de thermomètres à résistance de germanium étalonnés (voir aussi les Documents 71-52 et 54). (Les résultats pour l'échelle du K.O.L. n'ont pu être inclus dans le rapport par manque de temps, voir le Document 71-45). Toutes les échelles, si l'on se rapporte à certaines températures de référence, concordent à 13 mK près et probablement mieux si l'on élimine certaines discordances apparentes; les échelles magnétiques de l'I.S.U. et du K.O.L. concordent probablement à 2 mK près si on les ramène aux mêmes températures de référence. Il sera particulièrement intéressant de comparer les résultats avec ceux du thermomètre magnétique de l'I.M.P.R. (Document 71-51).

Mr Kemp et M^{me} Orlova soulignent que de nouvelles comparaisons des échelles aux basses températures au moyen de thermomètres à résistance de germanium étalonnés sont souhaitables. Après discussion, notamment sur une proposition de Mr Plumb (N.B.S.) portée à l'attention du C.C.T. par Mr Hudson, il est convenu que MM. Hudson et Kemp prépareront un projet qui sera soumis au C.C.T. (voir 8 a).

d) Comparaison internationale des échelles du pyromètre optique

Mr Quinn parle du rapport sur la comparaison internationale des échelles du pyromètre optique (Document 71-22). Les laboratoires

participants étaient le N.B.S., le N.P.L., le N.S.L. et la P.T.B. Les comparaisons ont été faites entre 1 064 °C et 1 700 °C avec des lampes à vide à ruban de tungstène spécialement conçues pour cet usage. Mr *Quinn* souligne la conclusion, assez surprenante pour des comparaisons d'échelles, que les étalonnages des lampes à ruban de tungstène de ces quatre laboratoires concordent dans la limite des incertitudes d'étalonnage.

e) Erreurs dans les échelles des thermomètres à tension de vapeur de l'hélium

Le C.C.T. prend note du fait qu'après les premières déterminations effectuées au N.B.S. avec le thermomètre acoustique, les résultats de plusieurs déterminations ont été publiés; d'après ces résultats, l'« Échelle $^4\mathrm{He}$ 1958 » est trop basse d'une quantité comprise entre 7 mK et 12 mK à 4,2 K. Au-dessous de cette température l'écart entre la température thermodynamique et T_{58} est approximativement proportionnel à T. Le C.C.T. hésite à apporter des corrections précises à l'Échelle $^4\mathrm{He}$ 1958 car plusieurs expériences sont en cours actuellement.

Comme la liaison entre l'Échelle ⁴He 1958 et l'Échelle ³He 1962 a été confirmée (Document 71-41), tout changement apporté à T_{58} affectera T_{62} de la même manière.

f) Questions diverses

Mr Dean fait état de recherches effectuées au N.P.L. sur des thermocouples rhodium-fer (voir le Document 71-48 dans lequel sont exposés la construction, la reproductibilité et l'étalonnage de ces thermomètres).

Plusieurs autres documents sont évoqués: recherches sur les matériaux des thermocouples aux basses températures (Document 71-55); mesures sur des thermomètres à résistance de platine au-dessous de 13,81 K (Document 71-62); étalonnage des thermomètres à résistance de germanium (Document 71-61).

Le C.C.T. discute ensuite de la reproductibilité courante et souhaitable des thermomètres à résistance aux basses températures.

4. Questions particulières soulevées par les communications présentées au « 5th Symposium on Temperature Measurement »

Au cours de l'examen des différents points de l'ordre du jour, on a évoqué les discussions qui ont eu lieu sur les mêmes sujets à ce Symposium (Washington, juin 1971). Il convient de mentionner ici l'intérêt porté par le C.C.T. à la détermination de la température du point de congélation du platine dans l'E.I.P.T.-68; Mr Dean signale les nouvelles mesures faites au N.P.L. (Document 71-20).

Le point de congélation du platine est important comme point fixe secondaire pour l'étalonnage des thermocouples (on l'emploie pour fixer la limite supérieure des tables de référence du thermocouple Pt-Rh/Pt, voir 3 b). De plus, la connaissance de la température thermodynamique du point de congélation du platine est, comme le fait remarquer Mr Terrien, essentielle pour une éventuelle redéfinition de la candela à partir des autres unités SI.

Le *Président* résume l'opinion du C.C.T.: il est hautement souhaitable d'effectuer encore des travaux expérimentaux.

5. Modifications éventuelles à apporter à l'E.I.P.T.-68

Le *Président* souligne qu'il ne faudrait pas apporter de modifications à la définition de l'E.I.P.T.-68 avant 1980 environ; toutefois, il espère que des modifications du texte, qui ne changeraient pas la définition de l'Échelle, pourront être proposées dans les quelques années qui viennent (par exemple à la prochaine session du C.C.T.).

a) Extension vers le bas

La discussion porte sur les méthodes appropriées pour faire la jonction entre l'E.I.P.T.-68 et l'Échelle ⁴He 1958 (grosso modo de 4 K à 14 K).

Mr Dean attire l'attention sur le Document 71-15 de C. R. Barber, dans lequel on propose d'établir une échelle entre 4 K et 20 K à l'aide d'un thermomètre à gaz utilisé comme instrument d'interpolation. On a estimé que la reproductibilité d'une telle échelle serait meilleure que 1 mK.

Mr *Brickwedde* donne quelques informations sur les thermomètres acoustique et magnétique. Mr *Quinn* indique que la reproductibilité du thermomètre acoustique est à l'heure actuelle de quelques 10⁻⁴ (Document 71-18).

Mr Hudson recommande que l'on utilise la même valeur de la constante des gaz R dans toutes les mesures au thermomètre acoustique, et Mr Terrien indique comme meilleure valeur $R=8,314\ 34\ J/mol\ K$ (valeur donnée par B. N. Taylor, W. H. Parker et D. N. Langenberg, $Rev.\ Mod.\ Phys.$, 41, 1969, p. 375).

On a le sentiment que le thermomètre acoustique est un instrument trop complexe pour être utilisé comme base d'une échelle pratique.

Le thermomètre magnétique (Documents 71-40, 45 et 51) utilisé comme instrument d'interpolation entre $4\,\mathrm{K}$ et $14\,\mathrm{K}$, a une reproductibilité de $\pm~1~\mathrm{mK}$ ou mieux. Il pourrait être utilisé comme base d'une échelle pratique, bien que ce ne soit pas non plus un instrument simple.

On pourrait utiliser les thermomètres à résistance de germanium pour la définition d'une échelle pratique de deux façons: 1) l'échelle pourrait être définie par un groupe de thermomètres à germanium étalonnés par comparaison à un thermomètre primaire; 2) on pourrait préconiser pour les thermomètres à germanium une méthode d'étalonnage à un certain nombre de points fixes. Dans ce dernier cas, il serait souhaitable d'avoir un certain nombre de points fixes reproductibles entre 4 K et 14 K (voir également les Documents 71-44 et 61). Toutefois, certains thermomètres se sont révélés instables (des changements de l'ordre de 5 mK à 20 K sont survenus dans l'étalonnage).

b) Changements dans le domaine compris entre $T_{\rm 68}=13{,}81~{\rm K}$ et $t_{\rm 68}=1\,064{,}43\,{\rm ^{o}C}$

Le *Président* demande s'il serait avantageux d'étendre le domaine du thermomètre à résistance de platine vers le haut jusqu'au point de congélation de l'aluminium (660 °C), et celui du pyromètre vers le bas, si possible jusqu'à 660 °C.

Il s'ensuit une discussion: doit-on préférer le point de congélation de l'aluminium au point de congélation de l'antimoine comme point fixe (secondaire) dans le haut du domaine du thermomètre à résistance de platine? (Document 71-11).

En ce qui concerne l'extension du domaine du pyromètre aux températures inférieures à 1 064 °C, Mr Quinn remarque que le thermomètre à résistance de platine sera supérieur dans la majeure partie de ce domaine, mais qu'une extension jusqu'au point de congélation de l'argent (962 °C) semble bien possible; il faudrait d'abord étudier le rapport $T(\mathrm{Ag})/T(\mathrm{Au})$. Consulté, Mr Thomas répond que la température thermodynamique du point de congélation de l'argent est probablement mieux connue que celle du point de congélation de l'or.

La discussion se poursuit sur l'importance des mesures de température thermodynamique, par différentes méthodes, entre 400 °C et 1 064 °C.

Mr Hudson propose d'envisager le remplacement du point d'ébullition de l'oxygène par le point triple de l'argon (84 K) comme point fixe de définition de l'E.I.P.T., ou d'utiliser, au choix, soit le point triple de l'argon, soit le point d'ébullition de l'oxygène (Document 71-24).

c) Modifications résultant de 1 d

Au sujet du Document 71-23, Mr *Hudson* fait remarquer qu'il serait bien préférable de définir le point d'ébullition du néon avec l'isotope pur ²⁰Ne plutôt qu'avec le néon naturel (*voir* également 1 *b*).

Mr Bedford est d'avis que les «Renseignements complémentaires » concernant le recuit et l'étalonnage des thermocouples devraient être améliorés puisque de récents travaux effectués au N.R.C. (Document 71-65) ont montré que des erreurs importantes peuvent survenir (voir 1 d). Après plus ample discussion il s'est avéré que la plupart des «Renseignements complémentaires » devraient être revus de façon critique.

6. Établissement et mise à jour permanente des documents pour la révision de l'E.I.P.T.-68

Le *Président* remarque qu'il serait profitable de disposer de tous les renseignements nécessaires à l'amélioration et à l'extension de l'E.I.P.T.-68. Le C.C.T. discute et s'accorde sur l'opportunité de former de petits Groupes de travail pour rassembler ces renseignements et en tirer les conclusions de façon permanente.

7. Groupes de travail

a) Dissolution des anciens Groupes de travail

Le *Président* propose que les Groupes de travail I et II, créés par le C.C.T. lors de sa 6° session (1962), soient officiellement dissous. Le C.C.T. approuve cette proposition.

b) Constitution des nouveaux Groupes de travail

Revenant sur les remarques précédentes, le *Président* propose que soient créés un certain nombre de petits Groupes de travail nouveaux. Le C.C.T. accepte cette proposition et s'accorde pour que ces Groupes de travail comprennent trois ou au plus quatre membres, y compris le président, choisis au sein du C.C.T. (laboratoires et experts nominativement désignés). Chaque Groupe de travail rassemblera et évaluera les renseignements qui le concernent à partir des publications, des connaissances de chacun et des visites aux laboratoires intéressés.

Sur proposition du *Président* on s'accorde, après une discussion à laquelle prennent part plusieurs membres, sur la déclaration suivante:

Le Comité Consultatif de Thermométrie,

considérant que beaucoup de travaux seront nécessaires pour acquérir des données expérimentales et théoriques permettant l'amélioration future de l'Échelle Internationale Pratique de Température de 1968,

que ces travaux peuvent être rendus notablement plus efficaces s'ils sont coordonnés par de petits groupes d'experts chargés de suivre les travaux en cours, d'apprécier leurs résultats, et de faire un choix des sujets d'étude les plus profitables,

décide de confier cette coordination à quatre Groupes de travail ayant chacun un sujet d'étude:

- Groupe de travail 1. Préparation de la révision de la forme de l'E.I.P.T.-68.
- Groupe de travail 2. Révision des points fixes secondaires et recherche de techniques pratiques simplifiées de mesure de température.
- Groupe de travail 3. Détermination des températures thermodynamiques dans le domaine $T>100~\mathrm{K}.$
- Groupe de travail 4. Détermination des températures thermodynamiques dans le domaine T < 100 K.

Avant de passer à la constitution de ces Groupes de travail, il est convenu de proposer au C.I.P.M. que le Professeur C. A. Swenson (Iowa State University) soit nommé membre du C.C.T. Le Prof. Swenson a apporté une contribution importante à la thermométrie des basses températures; il est donc hautement souhaitable qu'il prenne part aux activités du C.C.T.

Le Président ouvre ensuite la discussion sur la composition des Groupes de travail. Cette discussion conduit à la nomination des personnes et laboratoires suivants:

Groupe de travail

1: H. Preston-Thomas (président), N.P.L., N.B.S.
I.M.M.

2: I.M.G.C. (président), C.N.A.M., N.R.C.
3: N.P.L. (président), P.T.B., N.B.S.
4: K.O.L. (président), C.A. Swenson, N.S.L., I.M.P.R.

Conformément à ce qui a été décidé précédemment, les Groupes de travail 2 et 3 peuvent nommer un quatrième membre.

On demandera aux Directeurs des laboratoires proposés pour faire partie des Groupes de travail de donner leur accord et, dans l'affirmative, de désigner leur représentant.

Il est convenu que les Groupes de travail présenteront des rapports annuels aux membres du C.C.T.; ces rapports devront leur être envoyés par l'intermédiaire du B.I.P.M. Le premier rapport est prévu pour janvier 1973, le second pour janvier 1974, au moins trois mois avant la prochaine session du C.C.T. (voir 11).

La continuité dans les activités des Groupes de travail est souhaitable; en conséquence ils ne devraient pas se dissocier arbitrairement. Le B.I.P.M. doit être tenu informé de tout changement dans la composition des Groupes.

8. Ouestions diverses

a) Nouvelles comparaisons internationales de thermomètres à résistance de germanium au-dessous de $35~\mathrm{K}$

MM. Hudson et Kemp présentent leur rapport sur la préparation de nouvelles comparaisons internationales de thermomètres à germanium au-dessous de 35 K (voir 3 c). Ils proposent que chacun des laboratoires suivants: K.O.L., N.S.L., N.B.S., I.M.P.R., N.R.C. et N.P.L., envoie au B.I.P.M. un certain nombre de thermomètres à germanium (trois) de qualité reconnue (reproductibilité) et qu'une partie de ces thermomètres circulent entre les différents laboratoires. Ces thermomètres devront être étalonnés dans l'échelle propre au laboratoire si une telle échelle existe. Le C.C.T. est d'accord avec le rapport de

MM. Hudson et Kemp et confie au Groupe de travail 4 le soin d'organiser cette comparaison.

b) Étalonnages au niveau des étalons secondaires

Le *Président*, Mr *Kemp* et d'autres membres participent à une discussion sur les étalonnages secondaires. Ces étalonnages sont généralement importants dans les cas où il faut trouver un compromis entre le coût et l'exactitude, en particulier pour les laboratoires des pays en voie de développement.

Le B.I.P.M. ainsi que plusieurs laboratoires nationaux qui sont en relation avec des laboratoires dans des pays moins développés doivent être en mesure de prodiguer des conseils éclairés. Le problème est confié au Groupe de travail 2. Il est important, comme le souligne le *Président*, que la relation entre le coût et l'exactitude des étalonnages soit comprise et établie.

c) Température des plasmas

Parlant du Document 71-58, Mr *Thomas* demande si le C.C.T. s'intéressera de façon active au domaine des températures des plasmas (audessus de 4 000 K environ). Mr *Dean* souligne l'intérêt croissant des secteurs industriels pour cette question et estime convenable que le C.C.T. manifeste un certain intérêt « à titre d'essai ». Mr *Moser* est d'avis que le C.C.T. doit porter un intérêt actif au domaine des températures des plasmas.

Le *Président* suggère que le Groupe de travail 3, dans son premier rapport, se préoccupe de ce domaine de température. (*Voir* également le point 9).

d) Point de congélation de l'alumine

A la suite d'une demande de l'U.I.C.P.A., le C.C.T. discute de l'utilisation éventuelle du point de congélation de ${\rm Al_2O_3}$ comme point fixe. Ce point de congélation doit être étudié et l'on doit confirmer s'il convient bien comme point fixe secondaire. Sur proposition du *Président*, la question est soumise au Groupe de travail 2.

e) Recherches recommandées

Après une discussion générale on passe en revue les différents projets de recherche que l'on considère actuellement comme très importants pour le progrès de la thermométrie. Il est décidé de les présenter au C.I.P.M. sous forme d'une liste de recherches recommandées (voir la Recommandation T 1 (1971), p. T 24).

En dehors des points portés dans cette liste, le C.C.T. exprime le souhait que soient poursuivies les comparaisons de thermomètres à résistance de platine entre 13,81 K et 273,15 K afin d'obtenir davantage

de renseignements sur les différences entre les températures obtenues avec les différents thermomètres (Documents 71-49 et 57).

f) Documents pour les réunions ultérieures du C.C.T.

Le *Président* propose que les documents futurs aient la forme de résumés. La lecture des documents longs prend beaucoup trop de temps et les tentatives faites pour diffuser les documents suffisamment long-temps avant les réunions ont toujours échoué. De plus, le B.I.P.M. ne peut publier la totalité des documents complets tandis qu'il peut facilement publier des résumés.

Mr Terrien est d'accord avec le Président, mais pense qu'il est d'un grand intérêt pour le B.I.P.M. d'avoir une documentation complète.

Il est convenu que, pour les réunions futures, les documents complets seront soumis au B.I.P.M., mais que les documents destinés à être diffusés en vue de la réunion elle-même et à être publiés par le B.I.P.M. devront revêtir la forme de résumés développés. Sur demande, les membres du C.C.T. pourront obtenir les documents complets auprès du B.I.P.M.

9. Rapport au Comité International

Ce rapport comprendra:

- 1. Un résumé des travaux de la session.
- 2. Des recommandations pour les travaux futurs (voir 8 e).
- 3. Un rapport du C.C.T. sur les Étalons Matériels de Référence.

La Commission préparatoire des Étalons Matériels de Référence a demandé au C.C.T. de présenter un rapport sur les étalons matériels de référence qui touchent à la thermométrie. Après une discussion sur cette question, au cours de laquelle Mr *Kemp* indique qu'il est important pour les pays les moins développés de pouvoir se procurer les matériaux nécessaires à la réalisation de l'E.I.P.T.-68, le C.C.T. accepte un projet de rapport sur la question (*voir* l'Appendice p. T 25).

4. Une proposition pour la nomination du Prof. C. A. Swenson comme membre du C.C.T. (voir 7 b) (1).

10. Publication des documents soumis au C.C.T.

Un certain nombre de documents présentés au C.C.T. devant être publiés dans les comptes rendus du «5th Symposium on Temperature Measurement » ou ailleurs, le *Président* propose de publier seulement les résumés de ces documents dans les comptes rendus de cette 9^e session du C.C.T. Cette proposition est adoptée.

⁽¹⁾ Note ajoutée aux épreuves. Le Comité International a accepté, à sa 60° session (septembre-octobre 1971), la proposition de nomination de C. A. Swenson comme membre du C.C.T. en qualité d'expert.

11. Prochaine réunion du C. C. T.

La prochaine session du C.C.T. aura lieu en 1974. Pour des raisons pratiques, Mr *Terrien* préfère que la session ait lieu au printemps. On convient de mai 1974 comme date provisoire.



L'ordre du jour étant épuisé, le *Président* remercie Mr Terrien et ses collaborateurs pour la part qu'ils ont prise à l'organisation des séances et pour leur aide au cours de la session.

Mr Terrien remercie le Président pour la part qui lui revient dans le succès de cette 9e session du C.C.T.

(Août 1971)

Recommandation du Comité Consultatif de Thermométrie présentée au Comité International des Poids et Mesures

RECOMMANDATION T 1 (1971) (a)

Le Comité Consultatif de Thermométrie,

1. CONSIDÉRANT

que le couple thermoélectrique platine rhodié—platine utilisé comme instrument d'interpolation entre les points fixes de définition de l'Échelle Internationale Pratique de Température de 1968 a une précision limitée à environ 0,1 K et que cette précision ne semble pas pouvoir être améliorée notablement,

que les techniques de pyrométrie monochromatique se sont développées en particulier dans le proche infrarouge,

RECOMMANDE que l'on étudie la possibilité d'étendre le domaine pyrométrique de l'Échelle Internationale Pratique de Température vers des températures plus basses, si possible jusqu'à la limite inférieure de $t=660\,^{\circ}\mathrm{C}$ environ, par des mesures pyrométriques de température rapportées au point de congélation de l'or $t_{68}(\mathrm{Au})=1\,064,43\,^{\circ}\mathrm{C}$.

2. considérant

que l'amélioration de l'Échelle Internationale Pratique de Température de 1968 devra être appuyée sur des mesures de la température thermodynamique

⁽a) Cette Recommandation a été approuvée par le Comité International des Poids et Mesures à sa 60e session (septembre-octobre 1971).

des points fixes de définition qui soient plus exactes et dont l'incertitude soit mieux connue,

que l'utilisation des lois de la thermodynamique ne peut conduire à des résultats plus exacts que si les températures mesurées dans l'Échelle Internationale Pratique de Température sont en meilleur accord avec la température thermodynamique,

RECOMMANDE que l'on étudie activement les écarts qui subsistent entre l'Échelle Internationale Pratique de Température de 1968 et la température thermodynamique dans tout le domaine des températures inférieures à t=1.064 °C.

3. CONSIDÉRANT qu'une connaissance plus exacte, avec son incertitude, de la température du point de congélation du platine est d'un grand intérêt en photométrie et en radiométrie, et que l'on ne dispose que de déterminations très anciennes et d'une seule détermination récente,

RECOMMANDE que l'on effectue d'autres déterminations de la température du point de congélation du platine dans l'Échelle Internationale Pratique de Température de 1968.

4. CONSIDÉRANT que la recherche scientifique et la technique industrielle ont de plus en plus besoin des paramètres caractéristiques des plasmas,

RECOmmande que les laboratoires nationaux étendent leurs recherches vers la détermination de températures supérieures à $T=4\,000~{
m K}.$

Appendice

Rapport du Comité Consultatif de Thermométrie sur les Étalons Matériels de Référence utilisés en thermométrie de précision

Pour la réalisation de l'Échelle Internationale Pratique de Température de 1968, l'utilisation de plusieurs substances est soit indispensable, soit recommandée; ces substances ont la qualité d'Étalons Matériels de Référence. On peut aisément les classer comme suit:

- 1. Substances utilisées pour les points fixes de définition (or, argent, zinc, étain, eau, oxygène, néon et hydrogène).
- 2. Substances utilisées pour construire les éléments sensibles des instruments d'interpolation (platine et alliage de platine à 10 % de rhodium).
- 3. Substances utilisées pour les points fixes secondaires (parmi ceux qui ont été étudiés en détail on peut citer: cuivre, aluminium, antimoine, eutectique Cu-Al, mercure, plomb, cadmium, bismuth, indium, gaz carbonique et azote).

Le critère d'acceptabilité des matériaux ci-dessus est la reproductibilité de la température pour les points fixes et la reproductibilité des mesures de température pour les instruments d'interpolation. Bien que la pureté chimique des substances soit de première importance, d'autres caractères contribuent également à la reproductibilité.

Les méthodes d'évaluation de la qualité varient d'une substance à l'autre. Elles comprennent :

- les techniques usuelles d'analyse des impuretés,
- la mesure et l'évaluation du domaine de température des courbes de fusion,
- la mise au point de techniques de purification susceptibles d'amener des échan-

tillons volontairement contaminés (ou des échantillons de différentes provenances) à des états ayant un comportement thermique identique,

- quelques comparaisons entre laboratoires.

Aux températures inférieures à 500 °C, on peut mesurer des différences de température significatives de l'ordre du dix-millième de kelvin. Ceci correspond à des taux d'impureté de l'ordre de quelques 10^{-7} et implique également un assez bon contrôle de la composition isotopique pour plusieurs substances.

Dans l'ensemble de ce domaine les progrès sont sporadiques mais nets. Ils résultent d'études systématiques et minutieuses concernant un ou plusieurs points fixes dans un laboratoire, plutôt que de comparaisons internationales fréquentes. La provenance des matériaux, leur traitement et les techniques de mesure ainsi obtenus comme il est indiqué ci-dessus sont alors connus de tous les grands laboratoires d'étalonnage. Un échange libre mais coopératif d'informations entre ces laboratoires permet d'éviter la répétition inutile des travaux expérimentaux et de concentrer l'attention et les efforts sur les domaines qui en ont le plus grand besoin.

ANNEXE T 1

Documents présentés à la 9e session du C.C.T.

Les documents dont les numéros sont précédés d'un astérisque (*) ont été également présentés au "5th Symposium on Temperature Measurement" (Washington, juin 1971) et seront publiés dans les comptes rendus de ce Symposium.

Document

CCT/

État actuel de l'E.I.P.T.-1968

- 71-12 N.S.L. (Australie). Comment from the N.S.L. (Voir Annexe T 2).
- 71-13 I.M.G.C. (Italie).- Notes concerning the status of IPTS-68 in the I.M.G.C. (Voir Annexe T 3).
- 71-19 N.P.L. (Royaume-Uni). The status of the IPTS at the N.P.L., by T.J. Quinn (Voir Annexe T 4).
- 71-21 N.B.S. (États-Unis d'Amérique).- Status of IPTS-68 (Voir Annexe T 5).
- 71-27 D.A.M.W. (Allemagne).- Lettre du 7 avril 1971 au Président du C.C.T. (Voir Annexe T 6).

- 71-32 C.N.A.M. (France).- Statut de l'E.I.P,T.-68 à l'Institut National de Métrologie du C.N.A.M. (Voir Annexe T 7).
- 71-33 N.R.L.M. (Japon).- The present status of the IPTS-68 at the N.R.L.M. (Voir Annexe T 8).
- 71-50 K.O.L. (Pays-Bas).- The status of the IPTS-68 at the K.O.L. (Voir Annexe T 9).
- 71~64 N.R.C. (Canada). Status of IPTS-68 at N.R.C. (Voir Annexe T 10).
- 71-53 I.M.P.R. (U.R.S.S.).- The P.R.M.I. temperature scale in the range from 1.5 K to 273.15 K (Voir à l'Annexe T 11 l'extrait de ce document concernant l'E.I.P.T.-68 de 13,81 K à 273,15 K).

Domaine des températures supérieures à 0 °C

- *71-2 A proposal to replace 273.15 K (0 °C) in the definition of the International Practical Temperature Scale 1968 with 273.16 K (0.01 °C), by F.G. Brickwedde (Voir le résumé à l'Annexe T 12).
- *71-7 N.S.L. (Australie).- Metal binary eutectics as fixed temperature points, by J.V. McAllan (Voir le résumé à l'Annexe T 20).
- *71-11 N.S.L. (Australie).- Comparison of the freezing points of aluminium and antimony, by J.V. McAdam and M.M. Ammar (Voir le résumé à l'Annexe T'15).
- *71-5 N.S.L. (Australie).- A comparison of fixed-point and intercomparison methods of calibration of platinum-platinum, rhodium thermocouples in the temperature range 0° to 1064 °C, by T.P. Jones (Voir le résumé à l'Annexe T 22).

- *71-17 N.P.L. (Royaume-Uni).- Platinum resistance thermometry up to the gold point, by M.V. Chattle (Voir le résumé à l'Annexe T 17).
 - 71-30 I.M.G.C. (Italie).- Comparison of platinum thermometers at the freezing point of antimony, by
 G. Bongiovanni, L. Crovini and P. Marcarino
 (Voir Annexe T 16).
- *71-39 N.B.S. (États-Unis d'Amérique).- Effects of sorption on the thermodynamic scale, by L.A. Guildner, R.L. Anderson and R.E. Edsinger (Voir le résumé à l'Annexe T 13).
 - 71-25 N.B.S. (États-Unis d'Amérique). An intercomparison of high temperature platinum resistance thermometers and standard thermocouples, by J.P. Evans and S.D. Wood (Publié dans Metrologia, 7, 1971, pp. 108-130).
- *71-43 N.B.S. (États-Unis d'Amérique). The stability of platinum resistance thermometers, by R.L.
 Anderson (Voir le résumé à l'Annexe T 19).
- *71-35 N.R.L.M. (Japon).- Stability of 25 ohm platinum thermometer up to 1100 °C, by S. Sawada and T. Mochizuki (Voir le résumé à l'Annexe T 18).
 - 71-63 P.T.B. (Allemagne).- Note on a determination of the thermodynamic temperature of the boiling point of water, by W. Thomas (Voir <u>Annexe T 14</u>).
- *71-66 N.R.C. (Canada).- The influence of crystal defects in platinum on platinum resistance thermometry, by R.J. Berry (Voir le résumé à l'Annexe T 21).
- *71-65 N.R.C. (Canada).- New considerations on the preparation, properties and limitations of the standard thermocouple for thermometry, by E.H. McLaren and E.G. Murdock (Voir le résumé à 1'Annexe T 24).

*71-67 N.R.C. (Canada); N.P.L. (Royaume-Uni); N.B.S.

(États-Unis d'Amérique).- New reference tables
for platinum 10 % rhodium/platinum and platinum
13 % rhodium/platinum thermocouples, by R.E.
Bedford and C.K. Ma; C.R. Barber, T.R. Chandler
and T.J. Quinn; G.W. Burns and M. Scroger (Voir
le résumé à l'Annexe T 23).

Purométrie

- 71-31 B.I.P.M.- Température du point de congélation de l'or, par J. Bonhoure (Voir Annexe T 25).
- *71-20 N.P.L. (Royaume-Uni).- The freezing point of platinum determined by the NPL photoelectric pyrometer, by T.J. Quinn and T.R.D. Chandler (Un résumé de ce document est publié dans Metrologia, 7, 1971, pp. 132-133).
- *71-22 N.B.S. (États-Unis d'Amérique).- Intercomparison of the IPTS-68 above 1064 °C by four national laboratories, by H.J. Kostkowski and R.D. Lee (Voir le résumé à l'Annexe T 26).
 - 71-14 I.M.G.C. (Italie).- Realization of the International Practical Temperature Scale above the gold point, by F. Lanza, R. Perissi and T. Ricolfi (Voir Annexe T 27).
- *71-29 I.M.G.C. (Italie).- Radiation pyrometry with 1 µm effective wavelength, by F. Righini, A. Rosso and G. Ruffino (Voir le résumé à l'Annexe T 28).
- *71-58 P.T.B. (Allemagne).- Realization of the International Practical Temperature Scale of 1968 at about 10⁴ K, by H. Nubbemeyer, D. Stuck and B. Wende (Voir le résumé à l'Annexe T 29).

Domaine des températures inférieures à 0 °C

- *71-4 P.T.B. (Allemagne).- Apparatus for realizing the triple point of oxygen, by W. Thomas and B. Blanke (Voir le résumé à l'Annexe T 30).
- *71-37 N.R.C. (Canada).- Purification of oxygen by zone melting, by J. Ancsin (Voir le résumé à l'Annexe T 31).
- *71-24 N.B.S. (États-Unis d'Amérique).- Triple point of argon, by G.T. Furukawa, W.R. Bigge and J.L. Riddle (Voir le résumé à l'Annexe T 34).
- *71-23 N.B.S. (États-Unis d'Amérique). Normal boiling point and triple point of ²⁰Ne, by G.T. Furukawa (Voir le résumé à l'Annexe T 33).
- *71-42 N.B.S. (États-Unis d'Amérique). Application of precise heat-capacity data to the analysis of the temperature intervals of the International Practical Temperature Scale of 1968 in the region of 90 K, by C.T. Furukawa and M.L. Reilly (Voir le résumé à l'Annexe T 39).
- *71-41 N.B.S. (États-Unis d'Amérique).- Isothermal comparisons of ³He and ⁴He vapor pressures, by R. Gonano (Voir le résumé à l'Annexe T 53).
- *71-44 N.B.S. (États-Unis d'Amérique).- The use of superconductors to provide fixed points on a cryogenic temperature scale, by J.F. Schooley and R.J. Soulen, Jr (Voir le résumé à l'Annexe T 54).
 - 71-49 K.O.L. (Pays-Bas).- Research in thermometry at the Kamerlingh Onnes Laboratory (Voir <u>Annexe T 35</u>).

- *71-60 K.O.L. (Pays-Bas). Vapour pressures of liquid oxygen and nitrogen, by J.L. Tiggelman, R. Muijlwijk, M.R.M. Moussa and M. Durieux (Voir le résumé à l'Annexe T 36).
- *71-61 K.O.L. (Pays-Eas).- Vapour pressures of liquid and solid neon between 19 K and 30 K, by J.L. Tiggelman, C. van Rijn and M. Durieux (Voir le résumé à l'Annexe T 37).
- *71-59 K.O.L. (Pays-Bas).- Platinum thermometry below 13.81 K, by J.L. Tiggelman and M. Durieux (Voir le résumé à l'Annexe T 51).
- *71-62 K.O.L. (Pays-Bas).- Germanium resistance thermometry between 1.5 K and 30 K, by C. van Rijn,
 Mrs. M.C. Nieuwenhuys-Smit, J.E. van Dijk, J.L.
 Tiggelman and M. Durieux (Voir le résumé à
 l'Annexe T 50).
- *71-45 K.O.L. (Pays-Bas). A magnetic temperature scale between 1.5 K and 30 K, by C. van Rijn and M. Durieux (Voir le résumé à l'Annexe T 44).
- *71-15 N.P.L. (Royaume-Uni).- A proposal for a practical scale of temperature below 20 K, by C.R. Barber (Voir le résumé à l'Annexe T 40).
 - 71-16 N.P.L. (Royaume-Uni).- Gas thermometry (2 K-20 K), by K.H. Berry (Ce document est développé dans le document 71-47).
- *71-47 N.P.L. (Royaume-Uni).- Low temperature gas thermometry at the N.P.L., by K.H. Berry (Voir le résumé à l'Annexe T 41).
- *71-18 N.P.L. (Royaume-Uni).- A low frequency acoustic thermometer for the range 2-20 K, by A.R. Colclough (Voir le résumé à l'Annexe T 43).

- *71-46 N.P.L. (Royaume-Uni). The realisation of low temperature fixed points, by J.P. Compton (Voir le résumé à l'Annexe T 47).
- *71-48 N.P.L. (Royaume-Uni).- A rhodium-iron resistance thermometer for use below 20 K, by R.L. Rusby (Voir le résumé à l'Annexe T 52).
- *71-8 N.S.L. (Australie). The transition temperature of solid oxygen by W.R.G. Kemp and C.P. Pickup (Voir le résumé à l'Annexe T 32).
 - 71-1 N.S.L. (Australie).- Intercomparison of the provisional temperatures scales of the N.B.S., the P.R.M.I. and the N.S.L. for temperatures from 2 K to 20 K, by R. Muijlwijk, Miss J.W. Davies and W.R.G. Kemp (Ce document a été remplacé par le document 71-10).
- *71-10 N.S.L. (Australie).- Intercomparison of some low temperature scales below 30 K by means of germanium thermometry, by W.R.G. Kemp, J.G. Collins, C.P. Pickup and R. Muijlwijk (Voir le résumé à l'Annexe T 48).
- *71-9 N.S.L. (Australie).- Representation of the temperature-resistance characteristic of germanium thermometers below 30 K, by J.G. Collins and W.R.G.

 Kemp (Voir le résumé à l'Annexe T 49).
- *71-34 N.R.L.M. (Japon).- Reproducibility of the triple point of equilibrium hydrogen, by M. Takahashi and T. Mochizuki (Voir le résumé à l'Annexe T 46).
- *71-36 N.R.L.M. (Japon).- A gas thermometer measurement below IPTS range, by K. Mitsui, H. Sakurai and T. Mochizuki (Voir le résumé à l'Annexe T 42).

- *71-40 Towa State University (États-Unis d'Amérique).Magnetic temperature scale from 0.9 to 18 K,
 by T.C. Cetas and C.A. Swenson (Voir le résumé
 à l'Annexe T 45).
- 71-56 I.M.P.R. (U.R.S.S.). On the reproducibility of the triple point temperature for hydrogen equilibrium at 20.4 K, by M.P. Orlova, L.B. Belyansky, Ya.E. Razhba, R.V. Philonchik and V.M. Khnykov.
- 71-57 I.M.P.R. (U.R.S.S.). The reproducibility of the I.P.T.S.-68 for soviet-made platinum resistance thermometers in the temperature range from 13.8 K to 273.15 K, by D.I. Sharevskaya, M.P. Orlova, L.B. Belyansky, V.V. Getmanskaya and G.A. Galoushkina.
- 71-53 I.M.P.R. (U.R.S.S.). The P.R.M.I. temperature scale in the range from 1.5 K to 273.15 K, by M.P. Orlova, D.N. Astrov, D.I. Sharevskaya, L.B. Belyansky, G.A. Kytin, P.V. Philonchik and G.A. Galoushkina.
- 71-51 I.M.P.R. (U.R.S.S.). Determination of the deviations of the gas temperature scales from the thermodynamic scale in the temperature range from 4.2 K to 20 K by means of magnetic thermometry, by V.T. Shkraba, V.A. Pavlov, Z.P. Leskova and D.N. Astrov.
- $^{
 m V}$ 71-52 I.M.P.R. (U.R.S.S.).- Realization of the $^{
 m T}_{58}$ temperature scale, by R.V. Philonchik, D.N. Astrov and M.P. Orlova.
- 71-54 I.M.P.R. (U.R.S.S.). A note on the difference between the N.B.S. and P.R.M.I. scales in the 4.2 K to 20 K temperature range, by G.A. Kytin, D.N. Astrov, M.P. Orlova and G.A. Galoushkina.

Ve document n'est pas publié ; il peut être obtenu sur demande adressée au B.I.P.M.

*71-55 I.M.P.R. (U.R.S.S.). Investigation on low temperature thermocouple materials, by L.A. Medvedeva, M.P. Orlova, I.L. Rogelberg, V.M. Beilin and N.D. Loutzau (Voir le résumé à l'Annexe T 38).

Divers

- 71-3 P.T.B. (Allemagne).- Notes for discussion concerning the text of the IPTS-68 (point 1c of the agenda).
- 71-12 N.S.L. (Australie).- Comment from the N.S.L. (Voir Annexe T 55).
- *71-6 N.S.L. (Australie).- Resistance thermometry using a new design of a.c. bridge, by J.J. Connolly, J.V. McAllan and G.W. Small (Voir le résumé à l'Annexe T 58).
 - 71-28 N.P.L. (Royaume-Uni). Definition of "boiling point" in the International Practical Temperature Scale of 1968, by J.P. Compton (Voir Annexe T 56).
- *71-38 N.R.C. (Canada).- Remarks on the International Practical Temperature Scale of 1968, by R.E. Bedford (Voir le résumé à l'Annexe T 57).
 - 71-26 D.A.M.W. (Allemagne).- Lettre du 7 avril 1971 au sujet des Étalons Matériels de Référence (Voir Annexe T 59).

ANNEXE T 2

Situation de l'E.I.P.T.-1968 au N.S.L. (Australie)

L'E.I.P.T.-68 est bien établie au N.S.L., sauf dans la région des points de l'hydrogène où nous avons dû utiliser jusqu'à maintenant des thermomètres étalonnés au N.B.S. d'après l'échelle NBS-55; nous sommes en train de mettre au point l'équipement pour réaliser ces points fixes de définition. La meilleure façon de présenter notre situation à l'égard de l'E.I.P.T.-68 est de donner un tableau des incertitudes à chacun des points fixes (tableau I); ces incertitudes correspondent à l'intervalle de confiance de 99 %. La plupart des travaux de mise en application des échelles ont fait l'objet de publications, mais lorsqu'on possède des renseignements complémentaires ceux-ci sont donnés dans les paragraphes suivants.

TABLEAU I

Points	Températures	Ind	ertit	udes	Remarques
Hydrogène (P.T.) " (17,042) " (P.E.)	voir ci-après	±	10	тK	Thermomètres à résis- tance de Pt étalonnés au NBS (TRP)
Néon (P.E.)			1		
Oxygène (P.T.)	54,361 K	<u>+</u>	0,3	mK)
Oxygène (P.E.)	90,188 K	±	3	mK	(
Eau (P.T.)	273,16 K	<±	0,1	mК	E.I.P.T68 et TRP
Étain (P.C.)	231,968 1 °C	≈±	0,4	mК	
Zinc (P.C.)	419,58 °C	≈ <u>†</u>	0,4	mК	1
	630,74 °C	+	4	mK	/
			0,1		
Argent (P.C.)	961,93 °C				Thermocouple
Or (P.C.)1	064,43 °C	+	0,1	K)
		<u>+</u>	0,1	K) .
(1	600 °C	+	0,25	K	Pyromètre optique
Région de Planck { 2	000 °C		1,5	K	(
(2	200 °C	+	2	K)

P.T. = Point triple

P.E. = Point d'ébullition

P.C. = Point de congélation

<u>Au-dessous de 0 °C.-</u> On est en train de construire des cryostats pour réaliser les points fixes de l'hydrogène. La transformation ortho-para à "l'état d'équilibre" s'opérera soit dans le ballon à tension de vapeur, soit dans un convertisseur séparé, et le mélange sera ensuite transféré dans le ballon; dans les deux cas on peut prélever des échantillons et analyser le gaz à partir du ballon à tension de vapeur.

On pense réduire l'incertitude assez grande au point d'ébullition de l'oxygène en utilisant de l'oxygène "Matheson Research Grade" que l'on vient de se procurer.

Un écran "adiabatique" a été ajouté au thermomètre pour le point fixe du néon.

Thermomètre à résistance de platine au-dessus de 0 °C.Les recherches se poursuivent sur les facteurs affectant la
reproductibilité du point triple de l'eau [1], la purification
du platine pour les thermomètres à résistance et l'utilisation
des mesures et des techniques en courant alternatif. Pour des
raisons pratiques cette partie de l'échelle existe depuis quelque
temps [2].

Thermocouples platine rodhié (10 % Rh)/platine. - On a réalisé l'échelle dans la région couverte par le thermocouple étalon, de 630,74 à 1 064,43 °C, avec la limite effective de reproductibilité de cet instrument [3]. On a achevé des recherches sur l'étalonnage de routine de ces thermocouples ainsi que sur d'autres thermocouples en métaux rares [4].

Loi du rayonnement de Planck. - Entre 1 064,43 et 2 200 °C on réalise les températures avec notre pyromètre optique photoélectrique; un résumé de la situation dans ce domaine est donné ci-après.

Incertitude de la réalisation de l'E.I.P.T.-68 au-dessus de 1 064,43 °C au N.S.L.

Au-dessus de 1 064,43 °C, l'E.I.P.T.-68 est réalisée au N.S.L. en utilisant un pyromètre photoélectrique [5] et elle est

conservée avec des sources corps noir en tungstène [6, 7]. Les détails de la réalisation de cette échelle de température au-dessus de 1 064,43 °C ont déjà été donnés [8]. Cette échelle est maintenant utilisée en Australie pour les étalonnages courants de pyromètres optiques et des lampes à ruban de tungstène.

Le tableau II donne la liste des facteurs qui introduisent des incertitudes significatives dans les étalonnages. Les incertitudes données correspondent à l'intervalle de confiance de 99 %, et les incertitudes globales par rapport à l'E.I.P.T.-68 représentent la racine carrée de la somme des carrés des composantes. Les composantes sont arrondies au centième de degré supérieur. On a étudié d'autres facteurs qui se sont révélés être négligeables, par exemple :

- 1) impureté de l'échantillon d'or ;
- 2) non-uniformité à l'intérieur du corps noir au point de l'or :
 - 3) échauffement du filament par le rayonnement ambiant ;
- 4) effet de la composante alternative superposée au courant continu;
- 5) connaissance de l'émissivité de la source et de la transmission de la fenêtre de la lampe.

Les sources à corps noir remplies de gaz utilisées audessus de 1 600 °C présentent de grandes variations de leur luminance énergétique spectrale à cause des courants de convection à l'intérieur de l'enveloppe. Par exemple, on a observé qu'à 1 750 °C la température apparente d'une lampe corpsnoir à atmosphère gazeuse variait dans un domaine de 1,8 °C pour un courant d'alimentation constant. Cela entraîne les incertitudes assez grandes indiquées pour ces lampes. La dispersion liée à l'utilisation de telles lampes rend insignifiantes par comparaison la plupart des autres incertitudes composantes.

Le tableau III donne également une comparaison des incertitudes liées à l'emploi des échelles pyrométriques visuelle et photoélectrique. Pour les lampes à vide, les incertitudes dans la réalisation photoélectrique de l'E.I.P.T.-68 sont inférieures de plus d'un ordre de grandeur aux incertitudes obtenues en pyrométrie visuelle [9]. Lorsqu'on utilise des lampes à atmosphère gazeuse comme étalons secondaires pour réaliser l'E.I.P.T.-

TABLEAU II.- Incertitudes en pyrométrie photoélectrique

Incertitudes	Lampes à vide			Lampes à atmosphère gazeuse				
	1 064,43 °C	1200	1400	1600	1600	1800	2000	2200
Dispersion	± 0,08 °c	± 0,08	± 0,10	± 0,14	± 0,28	± 0,65	± 1,00	<u>+</u> 1,40
Transmission du pyromètre	0,01 °C	0,01	0,01	0,02	0,02	0,02	0,03	0,03
Effets des dimensions de la source_	0,02 °C	0,02	0,02	0,01	0,01	0,01	0,02	0,01
Correction pour la température des broches de la lampe	0,01 °C	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Emissivité du corps noir au point de l'or	0,01 °C	-	-	-	-	-	-	.=
Transfert de l'incertitude du point de l'or		0,11	0,14	0,18	-	=	4	12
Transfert de l'incertitude au passage à la lampe à atmosphère gazeuse (1 627 °C)		1 <u>4</u> .	-	-	0,39	0,46	0,56	0,57
Interpolation	<u>=</u>	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
Incertitude globale	± 0,10 °C	± 0,15	± 0,20	± 0,25	± 0,50	± 0,80	± 1,15	± 1,60

TABLEAU III .- Comparaison des incertitudes en pyrométrie photoélectrique et visuelle

-	Lampes à vide			Lampes à atmosphère gazeu:				
	1 064,43 °C	1200	1400	1600	1600	1800	2000	2200
Photoélectrique	± 0,10 °C ± 4,2 °C						± 1,15 ± 7,1	

68, les incertitudes sont relativement plus grandes dans le domaine des températures élevées mais elles constituent toutefois une amélioration considérable sur l'échelle visuelle.

BIBLIOGRAPHIE

- 1. CONNOLLY (J.) and McALLAN (J.V.), (à paraître).
- McALLAN (J.V.), <u>Comité Consultatif de Thermométrie</u>, 6^e
 Session, 1962, p. 52.
- 3. JONES (T.P.), Metrologia, 4, 1968, p. 80.
- 4. JONES (T.P.), Temperature, Its Measurement and Control in Science and Industry, 4, (à paraître).
- 5. MIDDLEHURST (J.) and JONES (T.P.), <u>J. Sci. Instrum.</u>, <u>38</u>, 1961, p. 202.
- 6. QUINN (T.J.) and BARBER (C.R.), Metrologia, 3, 1967, p. 19.
- 7. JONES (T.P.) and TAPPING (J.), Metrologia, 8, 1972, p. 4.
- 8. JONES (T.P.) and TAPPING (J.), Metrologia (à paraître).
- 9. JONES (T.P.), Aust. J. Appl. Sci., 12, 1961, p. 141.

Situation de l'E.I.P.T.-1968 à l'I.M.G.C. (Italie)

1. De 13,81 K à 273,15 K

Les thermomètres à résistance de platine, du type capsule, sont étalonnés d'après des étalons de référence dans un comparateur constitué par un bloc de cuivre et utilisable sur la totalité de ce domaine de température. Les étalons de référence sont des thermomètres à résistance de platine (deux thermomètres Rosemount du type 162 D et un thermomètre Leeds and Northrup du type 8164) qui furent étalonnés directement par le N.B.S. dans 1'E.I.P.T.-68 jusqu'à 90,188 K. Entre le point d'ébullition de 1'oxygène et le point de glace ils sont étalonnés selon 1'E.I.P.T.-68; on utilise en outre W(100) qui est mesuré dans 1'Échelle telle qu'elle est conservée à 1'I.M.G.C. (voir le point 2).

Les comparaisons sont faites à ± 1 mK près à toutes les températures grâce à un cryostat en bloc de cuivre correctement conçu et à un pont thermométrique de Kuster pour les mesures de résistance. L'exactitude estimée est la même que celle qui est donnée par le N.B.S. pour les étalonnages secondaires dans le domaine inférieur à 90,188 K et de ± 2 mK dans le domaine supérieur.

Les thermomètres à résistance de platine du type canne sont

étalonnés au voisinage du point d'ébullition de l'oxygène par comparaison à un étalon de référence dans un bain d'oxygène liquide de qualité commerciale ; on obtient alors une exactitude de † 5 mK.

2. De 0 °C à 630,74 °C

On étalonne les thermomètres à résistance de platine au point triple de l'eau et aux points de congélation de l'étain et du zinc. On utilise le point d'ébullition de l'eau seulement pour contrôler W(100) des thermomètres du type capsule. Le tableau suivant résume la reproductibilité et quelques caractéristiques de ces points.

Point fixe Repr	oductibilité (mK)	Atmosphère	Précision des mesures de résistance			
			(A)	(B)		
Point tri- ple de H ₂ 0	0,1	-	2 μΩ	0,2 μΩ		
Point d'ébullition de H ₂ 0	. 2	Air-N ₂	5 μΩ	0,5 μΩ		
Point de congélation de Sn	2,0	Ar	5 μΩ	0,5 μΩ		
Point de congélation de Zn	_ 0,2	Ar	5 μΩ	0,5 μΩ		

⁽A) Avec des thermomètres de 25,5 Ω de type courant et un pont de Mueller G4.

3. De 630,74 °C à 1 064,43 °C

On étalonne les thermocouples Pt-Rh 10 % / Pt aux points

⁽B) Avec des thermomètres de 0,25 Ω et un générateur de rapport de courant qui assure l'isolement.

de congélation de l'antimoine, de l'argent et de l'or. On attribue au point de l'antimoine la température 630,75 °C. La reproductibilité des points fixes est bien meilleure que celle du thermocouple, qui est limitée à 0,1 K. Le rattachement au volt absolu est assuré à ± 0,001 % près.

4. Au-dessus de 1 064,43 °C

Une cavité ayant une émissivité estimée supérieure à 0,9999, immergée dans de l'or en congélation, réalise le corps noir à 1 337,58 K à ± 0,05 K près. On effectue l'extrapolation aux températures plus élevées avec un pyromètre à courant continu qui comporte un atténuateur optique continu. L'E.I.P.T.-68 est reproduite avec cet instrument avec une incertitude estimée à ± 0,18 K pour 2 000 K, ± 0,34 K pour 2 500 K et ± 0,5 K pour 2 800 K.

Situation de l'E.I.P.T.-1968 au N.P.L. (Royaume-Uni)

1. De 13,81 K à 273,15 K

Dans ce domaine des travaux sont en cours au N.P.L. pour réaliser tous les points fixes avec la précision nécessaire pour mettre en oeuvre l'E.I.P.T.-68 suivant ses prescriptions.

Jusqu'à ce que ces travaux soient achevés, l'E.I.P.T.-68 est réalisée au moyen de thermomètres à résistance de platine étalonnés d'après l'échelle NPL-61 du thermomètre à gaz en tenant compte des différences admises entre cette échelle et l'E.I.P.T.-68 [1].

On a achevé les travaux concernant la réalisation du point d'ébullition et du point triple de l'hydrogène [2] et du point d'ébullition du néon [3]. Il ne reste que le point d'ébullition et le point triple de l'oxygène; on espère achever les travaux concernant ces deux points vers la fin de 1971. Une nouvelle série de thermomètres étalons à résistance de platine sera étalonnée à tous ces points fixes et l'E.I.P.T.-68 sera alors mise en oeuvre selon les méthodes spécifiées.

2. De 0 °C à 630,74 °C

Dans ce domaine l'échelle est réalisée comme prescrit dans

l'E.I.P.T.-68, en utilisant le point de congélation de l'étain au lieu du point d'ébullition de l'eau.

3. De 630,74 °C à 1 064,43 °C

Dans ce domaine on réalise l'échelle selon l'E.I.P.T.-68 en utilisant des thermocouples platine rhodié (10 % de Rh) / platine. Nous poursuivons les travaux sur l'extension du domaine du thermomètre à résistance de platine jusqu'au point de l'or [4], car nous avons le sentiment que l'on peut obtenir une amélioration de la reproductibilité de l'E.I.P.T.-68 en utilisant ces thermomètres comme instruments d'interpolation.

4. Au-dessus de 1 064,43 °C

Au-dessus du point de l'or on réalise l'E.I.P.T.-68 au moyen du pyromètre photoélectrique du N.P.L. et d'une série de lampes étalons du type corps noir. On conserve de cette façon l'échelle depuis quatre ans avec une incertitude estimée à ± 0,1 °C au point de l'or et qui atteint ± 0,25 °C à 1 770 °C.

On a récemment utilisé le pyromètre photoélectrique du N.P.L. pour une nouvelle détermination du point de congélation du platine [5] et pour l'étalonnage de thermocouples platine rhodié (10 % Rh) / platine et platine rhodié (13 % Rh) / platine [6]. On l'a également utilisé dans une récente comparaison des échelles aux températures élevées pour laquelle on a fait circuler des lampes étalons [7].

BIBLIOGRAPHIE

- BEDFORD (R.E.), DURIEUX (M.), MUIJLWIJK (R.), BARBER (C.R.), Metrologia, 5, 1969, p. 47.
- 2. COMPTON (J.P.), The realisation of low temperature fixed points. 5th Symposium on Temperature, June 1971, Washington.
- 3. COMPTON (J.P.), Metrologia, 6, 1970, p. 69 and p. 103.
- 4. CHATTLE (M.V.), Platinum resistance thermometry up to the gold point. 5th Symposium on Temperature, June 1971, Washington.

- 5. QUINN (T.J.), The freezing point of platinum determined by the NPL photoelectric pyrometer. 5th Symposium on Temperature, June 1971, Washington.
- 6. BEDFORD (R.E.) et al., New reference tables for Pt-10%Rh/Pt and Pt-13%Rh/Pt thermocouples. 5th Symposium on Temperature, June 1971, Washington.
- 7. KOSTKOWSKI (H.J.) et al., Intercomparison of the IPTS-68 above 1 064 °C by four national laboratories. 5th Symposium on Temperature, June 1971, Washington.

Situation de l'E.I.P.T.-1968 au N.B.S. (États-Unis)

Pour étalonner les thermomètres à résistance de platine nous utilisons les points de fusion du zinc, de l'étain et le point triple de l'eau ; au-dessous de 0 °C, nous effectuons des comparaisons avec des étalons de laboratoire (à fil). Dans cette dernière région on peut contrôler les étalons au point triple de l'argon, aux points d'ébullition du néon et de l'hydrogène et au point triple de l'hydrogène. Afin d'effectuer des travaux aux points fixes aux basses températures avec une précision comparable à celle que l'on obtient aux températures élevées, nous avons besoin d'installations manométriques améliorées ; cellesci sont en cours de réalisation.

Pour les thermocouples nous effectuons des étalonnages "primaires" en utilisant les points fixes prescrits, à l'exception de 631 °C pour lequel nous utilisons un bain d'antimoine par commodité. De plus, on emploie un groupe de thermocouples pour les étalonnages par comparaisons et on suit leur évolution par des contrôles aux points fixes.

Nous avons utilisé notre pyromètre photoélectrique pour réaliser l'échelle de température pendant les sept dernières années ; l'état des incertitudes que nous obtenons couramment a été présenté au 5th Symposium on Temperature. De façon courante nous travaillons sur des verres absorbants et des lampes pyrométriques pour améliorer la stabilité de l'échelle ainsi réalisée.

(10 juin 1971)

Situation de l'E.I.P.T.-1968 au D.A.M.W. (Allemagne)

(Lettre au Président du C.C.T. [Traduction])

Berlin, le 7 avril 1971

Monsieur le Président,

J'ai bien reçu votre lettre du ll.1.71 et vous en remercie. En réponse à votre question sur l'état actuel de l'E.I.P.T.-68 au D.A.M.W., je vous informe qu'elle n'a pas encore été mise en vigueur comme échelle légale de température, parce que toutes les conditions pour la mise en oeuvre de cette échelle, en particulier dans le domaine des températures au-dessous de 90,188 K, n'ont pas encore pu être remplies.

Dans le communiqué officiel du D.A.M.W. du mois de juillet 1969, il a été indiqué que, pour tous les appareils de mesure des températures étalonnés par le D.A.M.W. d'après l'échelle légale de température (E.I.P.T.-48) du 1.7.65, la conversion des températures à celles définies par l'E.I.P.T.-68 peut être effectuée au moyen d'une table de corrections publiée (E.I.P.T.-68, Tableau VIII).

Puisque pendant les années 1969 et 1970 tous les points fixes de définition de l'E.I.P.T.-68 ont été réalisés et

puisque la préparation de l'exploitation par ordinateur des mesures de connexion a été terminée, l'étalonnage des instruments d'interpolation se fait désormais selon les prescriptions de l'E.I.P.T.-68, de sorte que l'on peut prévoir la mise en vigueur de l'E.I.P.T.-68 en République Démocratique Allemande au ler janvier 1972.

Veuillez agréer

Signé : Prof. Dr JANCKE

Situation de l'E.I.P.T.-1968 à l'Institut National de Métrologie du C.N.A.M. (France)

De 1,2 K à 4,2 K

Un thermomètre à tension de vapeur d'hélium a été réalisé pour permettre l'étalonnage des sondes au germanium dans l'"Echelle ⁴He 1958". Par pompage sur le bain d'hélium la température du bloc thermométrique peut être abaissée jusqu'à 1,2 K. La mesure de la tension de vapeur est obtenue à l'aide d'un manomètre à détection capacitive. Le déplacement de la cuve mobile est mesuré par comptage des franges d'interférence obtenues à l'aide d'un laser à hélium-néon.

De 13,81 K à 273,15 K

Les premières mesures sur un point d'ébullition de l'oxygène sont en cours d'exécution. L'appareillage est conçu de façon à permettre l'étalonnage simultané de thermomètres du type "long" et des thermomètres cryogéniques. La tension de vapeur de l'oxygène est mesurée par une jauge à tube de Bourdon en quartz, cette jauge étant elle-même étalonnée par une balance à piston tournant.

La construction d'un point triple de l'oxygène est en voie d'achèvement. La réalisation du point d'ébullition du néon est prévue pour la fin de 1971.

De 0 °C à 419,58 °C

Dans ce domaine, les points fixes utilisés sont le point triple de l'eau et les points de congélation de l'étain et du zinc.

Ces deux derniers points sont réalisés dans des fours à bain d'alumine fluidisée. La bonne uniformité de température obtenue aisément sur toute la longueur du lingot permet l'obtention de paliers de longue durée.

La résistance des thermomètres est mesurée en courant continu par un Pont de Smith, et en courant alternatif par un Pont "Automatic System A7".

De 630,74 °C à 1 064,43 °C

L'extension des techniques du bain à lit fluidisé est étudiée dans ce domaine à l'aide d'un four construit entièrement en quartz. L'étude porte actuellement sur les points de congélation de l'antimoine et de l'argent, le point de l'or étant réalisé pour les thermocouples platine rhodié/platine par la méthode du fil.

Les forces électromotrices sont mesurées au potentiomètre ; la référence de tension est une enceinte thermorégulée Guildline comprenant quatre piles étalons.

Au-dessus de 1 064,43 °C

Dans ce domaine, la réalisation de l'E.I.P.T.-68 nécessite la construction d'un pyromètre photoélectrique et d'un corps noir au point de congélation de l'or. Ces deux éléments sont en cours de réalisation. Le système d'extrapolation utilisé est un disque rotatif muni d'ouvertures fixes dont les caractéristiques sont déterminées par notre laboratoire de métrologie dimensionnelle. L'électronique est calculée pour permettre l'application de la loi de Talbot.

Situation de l'E.I.P.T.-1968 au N.R.L.M. (Japon)

1. De 13,81 K à 273,15 K

On continue de travailler à la réalisation de tous les points fixes de définition et on espère terminer ce travail en 1971. Le tableau suivant résume la situation.

TABLEAU

	Point	Précision de la réalisation	Référence
Point	d'ébullition de l'oxygène	+ 0,3 mK	1
Point	triple de l'oxygène	+ 0,1 mK	2
Point	d'ébullition du néon		
Point	d'ébullition de l'hydrogène.	_ ± 0,3 mK	3
Point	17 K de l'hydrogène		
Point	triple de l'hydrogène	± 0,3 mK	4

2. De 0 °C à 630,74 °C

On réalise l'échelle au moyen du point triple de l'eau, du point d'ébullition de l'eau et du point de congélation du zinc, en utilisant la même installation qu'à l'époque de l'E.I.P.T.-1948. On a récemment commencé à travailler à la réalisation du point de l'étain.

3. De 630,74 °C à 1 064,43 °C

On réalise l'échelle conformément aux recommandations; notre principal travail dans ce domaine de température concerne le problème du remplacement du thermocouple étalon par le thermomètre à résistance de platine. On poursuit les travaux expérimentaux sur ce type de thermomètres, pour lesquels on a déjà donné des résultats [5]. On a étudié le point de congélation du cuivre en utilisant ce type de thermomètres [6]. Par ailleurs, on est en train d'étudier la limite supérieure de température accessible avec les thermomètres étalons de l'E.I.P.T.-68; on espère obtenir des résultats au moins au-dessous de 1 000 °C [7].

4. Au-dessus de 1 064,43 °C

On a construit à titre d'essai et on est en train d'étudier dans le détail des comparateurs de température de luminance de lampes étalons pyrométriques. Il est maintenant confirmé que, en choisissant convenablement le photomultiplicateur, on peut atteindre une précision d'environ 0,02 K dans les comparaisons.

Les calculs numériques nécessaires dans cette étude ainsi que dans d'autres études pour l'établissement de la température de luminance en fonction du courant des lampes étalons sont faits sur la base de l'E.I.P.T.-68.

5. Au-dessous du domaine de l'E.I.P.T.-68

On poursuit des recherches pour établir une échelle de température au-dessous du domaine de l'E.I.P.T.-68 en utilisant des thermomètres au germanium et un thermomètre à gaz, dont la construction est presque achevée [8].

6. Températures très élevées

On a construit plusieurs sources à plasma d'argon stabilisé par effet de paroi et fonctionnant sous 1 atm environ. Des méthodes spectroscopiques, fondées par exemple sur l'intensité des raies spectrales, le rapport des intensités de raies, l'élargissement de la raie de H_{β} , et l'intensité du continuum, sont appliquées à la détermination de la température des plasmas, en fonction des coordonnées radiale et longitudinale. On estime la précision et l'exactitude des résultats obtenus par chacune des méthodes et on discute leur cohérence. On en déduit les probabilités de transition de quelques raies spectrales de l'argon. On estime le facteur ξ du continuum. Toutes les mesures mentionnées ci-dessus sont faites dans la région visible du spectre.

BIBLIOGRAPHIE

- MOCHIZUKI (T.), SAWADA (S.) and TAKAHASHI (M.), Comité
 Consultatif de Thermométrie, 7^e Session, 1964, p. T34.
 MOCHIZUKI (T.), SAWADA (S.) and TAKAHASHI (M.), Japanese
 J. Appl. Phys., 8, 1969, p. 488.
- SOEJIMA (T.), TAKAHASHI (M.) and SAWADA (S.), <u>Comité</u>
 Consultatif de Thermométrie, 7^e Session, 1964, p. T29.
- 3. MOCHIZUKI (T.) and SAWADA (S.), Oyo Buturi, 38, 1969, p. 33 and Report of the National Research Laboratory of Metrology, 18, 1969, p. 56 (in Japanese).
- 4. TAKAHASHI (M.) and MOCHIZUKI (T.), 5th Symposium on Temperature, 1971.
- 5. NAKAYA (S.) et UCHIYAMA (H.), <u>Comité Consultatif de</u>

 <u>Thermométrie</u>, 7^e Session, 1964, p. T43.
 - NAKAYA (S.) UCHIYAMA (H.) and SAINO (T.): Document N° 37 présenté à la 8^e Session (1967) du Comité Consultatif de Thermométrie.
- 6. McLACHLAN (A.D.) and UCHIYAMA (H.), SAINO (T.) and NAKAYA (S.), 5th Symposium on Temperature, 1971.
- 7. SAWADA (S.) and MOCHIZUKI (T.), 5th Symposium on Temperature, 1971.
- 8. MITSUI (K.), SAKURAI (H.) and MOCHIZUKI (T.), 5th Symposium on Temperature, 1971.

Situation de l'E.I.P.T.-1968 au K.O.L. (Pays-Bas)

1. De 13,81 K à 273,15 K

Dans ce domaine on a réalisé tous les points fixes. Le tableau suivant donne l'exactitude estimée de ces réalisations.

Point triple de l'hydrogène	13,81	K	+	0,3	mK
Hydrogène en équilibre	17,042		+	0,5	
Point d'ébullition de l'hydrogène	20,28		+	0,5	
Point d'ébullition du néon	27,102		+	0,5	
Point triple de l'oxygène	54,361		<u>+</u>	0,2	
Point d'ébullition de l'oxygène	90,188		+	0,5	
Point triple de l'eau	273,16		+	0,5	
(Point d'ébullition de l'eau	373,15		+	2	mK)

On a réalisé les points fixes de l'hydrogène, du néon et de l'oxygène dans un seul appareil, qui est décrit dans la référence l. La référence 2 donne brièvement la façon dont sont réalisés les points fixes de l'hydrogène. Les références 3 et 4 donnent une description détaillée de la réalisation du point d'ébullition du néon et des points fixes de l'oxygène.

On a étalonné une série de thermomètres à résistance de platine d'après deux thermomètres primaires (qui étalent

étalonnés aux points fixes). Nous disposons d'un nombre limité de thermomètres pour des comparaisons internationales d'échelles.

2. Domaine au-dessus de 0 °C

On réalise le point d'ébullition de l'eau (100 °C) avec une exactitude de ± 2 mK. Dans notre laboratoire, nous pouvons réaliser le point de congélation du zinc, le point 630,74 °C, et le point de congélation de l'argent (961,93 °C) avec une exactitude limitée. On a utilisé le point de congélation du cuivre en remplacement du point de congélation de l'or.

Nous ne réalisons pas l'E.I.P.T.-68 au-dessus du point de l'or (1 064,43 °C).

BIBLIOGRAPHIE

(Documents présentés au "5th Temperature Symposium", Washington, 1971)

- van RIJN (C.), TIGGELMAN (J.L.) and DURIEUX (M.), Germanium thermometry between 1.5 K and 30 K.
- van RIJN (C.) and DURIEUX (M.), A magnetic temperature scale between 1.5 K and 30 K.
- J. TIGGELMAN (J.L.), van RIJN (C.) and DURIEUX (M.), Vapour pressures of liquid and solid neon between 19 K and 30 K.
- 4. TIGGELMAN (J.L.) and DURIEUX (M.), Vapour pressures of liquid oxygen and nitrogen.

Situation de l'E.I.P.T.-1968 au N.R.C. (Canada)

1. Au-dessous de 0 °C

Parmi les points fixes primaires, seuls ont été réalisés le point d'ébullition et le point triple de l'oxygène. Au-dessous de 90,188 K les thermomètres sont étalonnés d'après l'échelle NBS-55 et les résultats sont convertis dans l'E.I.P.T.-68 en utilisant la table des différences admises entre ces deux échelles. Il se peut que ces différences soient inexactes de quelques millikelvins.

2. <u>De 0 °C à 630,70 °C</u>

On a réalisé la totalité des points fixes primaires et plusieurs points fixes secondaires. Les thermomètres à résistance de platine sont étalonnés au point triple de l'eau et aux points de congélation de l'étain et du zinc. On remplace le point de congélation de l'étain par le point d'ébullition de l'eau si les clients le désirent.

3. De 630,74 °C à 1 064,43 °C

Les thermocouples étalons primaires sont étalonnés aux points de congélation de l'antimoine, de l'argent et de l'or, le point de congélation de l'antimoine ayant été déterminé avec un thermomètre à résistance de platine étalonné.

4. Au-dessus de 1 064,43 °C

Dans ce domaine, l'E.I.P.T.-68 est conservée au moyen d'un pyromètre optique visuel à filament disparaissant qui sert d'étalon primaire.

Situation de l'E.I.P.T.-1968 à l'I.M.P.R. (U.R.S.S.)

Extrait du Document CCT/71-53

La réalisation de l'E.I.P.T.-68 dans le domaine de 13,81 K à 273,15 K demande la détermination de la courbe des écarts Δ W (T_{68}) = W (T_{68}) - W_{CCT-68} (T_{68}), où W_{CCT-68} (T_{68}) est la fonction de référence du thermomètre à résistance de platine. D'après les recommandations concernant la détermination de la courbe des écarts, le thermomètre à résistance doit être mesuré à huit points fixes entre 13,81 K et 273,15 K. Cette procédure demande un appareillage spécial. Un tel appareillage a été construit à l'I.M.P.R. et est en cours d'étude(1). D'après les résultats préliminaires il fournira la précision nécessaire à la réalisation de l'E.I.P.T.-68.

Toutefois, comme nous ne disposions pas jusqu'ici des appareils nécessaires, nous n'avons pu réaliser l'E.I.P.T.-68 conformément au texte de cette Échelle mais par une voie quelque peu différente.

⁽¹⁾ Voir Document CCT/71-56.

Proposition pour remplacer 273,15 K (0 °C) dans la définition de l'E.I.P.T.-1968 par 273,16 K (0,01 °C)

Par F. G. BRICKWEDDE
Pennsylvania State University (États-Unis d'Amérique)

Résumé

On propose de remplacer le point de fusion de la glace (0 °C) chaque fois qu'il apparaît dans la définition de l'Échelle Internationale Pratique de Température de 1968, par le point triple de l'eau (0,01 °C). Actuellement, les domaines de 1'E.I.P.T.-68 qui sont supérieur à 90,188 K et inférieur à 630,74 °C se rejoignent à 0 °C, et 0 °C est la température de référence pour les rapports $W(T_{68}) \equiv R(T_{68}) / R(273,15 \text{ K})$ du thermomètre à résistance de platine, et pour la table de la fonction de référence WCCT-68 (T68). O °C est également la température de la jonction de référence du thermocouple étalon Pt-Rh (10 %)/Pt dans la définition de l'E.I.P.T.-68 entre 630,74 et 1 064,43 °C. Le changement proposé rendra la définition de l'E.I.P.T.-68 logiquement cohérente avec le procédé spécifié pour l'étalonnage des thermomètres, procédé fondé sur l'utilisation du point triple (0,01 °C) et non sur le point de fusion (0 °C). Le changement facilitera également l'étalonnage des thermomètres à résistance de platine en évitant la nécessité, comme c'est le cas actuellement, de calculer R(273,15 K) à partir de la valeur mesurée de R(273,16 K). L'échelle proposée s'écarte si peu de l'E.I.P.T.-68 qu'il serait justifié de conserver la dénomination E.I.P.T.-68.

(4 Janvier 1971)

Effets de sorption sur l'échelle thermodynamique

Température du point d'ébullition de l'eau déterminée par le thermomètre à gaz du N.B.S.

Par L. A. GUILDNER, R. L. ANDERSON et R. E. EDSINGER

National Bureau of Standards (États-Unis d'Amérique)

Résumé

Le thermomètre à gaz du N.B.S. fonctionne à volume constant. Il a un réservoir de 500 cm3 en platine à 20 % de rhodium relié au diaphragme par une tubulure de 0,9 mm de diamètre intérieur. On mesure les rapports de pression à l'aide d'un manomètre à mercure avec une erreur inférieure à 2×10^{-6} . La stabilité du thermomètre est telle qu'après retour à la température de référence, la pression est reproduite à 1 ou 2 x 10⁻⁶ sur des périodes de temps dépassant une semaine. On pense que cette stabilité provient d'une nette réduction des effets d'adsorption. Le thermomètre à gaz est soumis à un pompage prolongé à température élevée avant les mesures. On élimine de cette façon la majeure partie des souillures et comme on utilise de l'hélium très pur comme fluide thermométrique, il y a peu de raisons pour entraîner des résultats aberrants auxquels on peut s'attendre à cause de la sorption. On a trouvé une différence de - 0,027 °C entre les valeurs de la température du point d'ébullition de l'eau dans l'échelle thermodynamique et dans l'Échelle Internationale. Dans l'attente des résultats d'autres mesures on ne fait mention d'aucune évaluation d'incertitude.

Note sur une détermination de la température thermodynamique du point d'ébullition de l'eau

Par W. THOMAS

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (Allemagne)

Après le résultat provisoire de L.A. Guildner d'après lequel la température thermodynamique du point d'ébullition de l'eau est de 28 mK inférieure à T_{68} (sans mention d'exactitude dans l'attente de nouvelles mesures) (1), il paraît intéressant de rappeler une détermination provisoire (non publiée) du point d'ébullition de l'eau effectuée à la P.T.B. en 1956 avec un thermomètre à gaz. Ces mesures ont été faites pour contrôler le thermomètre à gaz. Les résultats de ces mesures étaient $T-T_{68}=-18$ mK ou $T-T_{68}=-28$ mK, selon la façon dont on traite les résultats.

l. La température de référence pour les mesures au thermomètre à gaz était 25 °C, déterminée avec un thermomètre à résistance de platine dans l'E.I.P.T.-48. Par rapport à ce point, le résultat pour le point d'ébullition de l'eau était $T-T_{68}=-18$ mK. L'exactitude de ces mesures est estimée à $\frac{1}{2}$ 10 mK. On a effectué six déterminations avec de l'azote comme gaz de remplissage. La température de référence était contrôlée en mesurant également le point de congélation de l'eau, pour lequel on a obtenu $T_0=273$,149 K. Cela veut dire que la température de référence est éliminée.

⁽¹⁾ Ce volume, Annexe T 13.

2. Si l'on ne prend pas en considération la détermination du point de congélation de l'eau avec le thermomètre à gaz, la température de référence, qui était exprimée dans l'E.I.P.T.-48, doit être modifiée pour être exprimée dans l'E.I.P.T.-68. Dans ce cas une correction supplémentaire de - 10 mK doit être ajoutée au résultat donné en l. Le résultat final devient $T - T_{68} = -28$ mK.

Etant donné l'importance de la température thermodynamique du point d'ébullition de l'eau, la P.T.B. va poursuivre ces mesures avec un nouveau thermomètre à gaz de plus grande exactitude dans ce domaine.

Comparaison des points de congélation de l'aluminium et de l'antimoine

Par J. V. McALLAN et M. M. AMMAR

National Standards Laboratory (Australie)

Résumé

On a trouvé que le point de congélation de l'aluminium pur, mesuré à l'aide de thermomètres à résistance, est 660.462 °C et non pas 660,37 °C comme il est indiqué dans l'E.I.P.T.-1968. On examine les causes de cette différence et ses conséquences sur la relation de l'E.I.P.T. avec l'échelle de température absolue. Le point de congélation de l'aluminium (660 °C) peut servir de point fixe en remplacement de celui de l'antimoine (631 °C). Les propriétés respectives sont passées en revue dans le détail. L'antimoine donne des températures très reproductibles, mais il met en jeu un processus complexe de formation de germes ("germination") et ses propriétés telles que la diffusivité thermique sont médiocres. De plus, son comportement est complexe lorsqu'il a été mis en contact avec de l'oxygène. La formation de germes et les propriétés thermiques de l'aluminium sont nettement meilleures, et ne font appel qu'à des techniques de congélation très simples. Toutefois l'aluminium est très réactif ; 11 est en particulier très sensible à la contamination par le silicium. L'oxydation n'est pas un problème très sérieux, mais des traces d'eau peuvent être la cause de beaucoup d'ennuis.

Comparaison de thermomètres à résistance de platine au point de congélation de l'antimoine

Par G. BONGIOVANNI, L. CROVINI et P. MARCARINO
Istituto di Metrologia G. Colonnetti (Italie)

En 1967, Crovini [1] a donné une valeur pour le point de congélation de l'antimoine qui provenait de mesures faites avec deux thermomètres à résistance de platine sur un échantillon de grande pureté ; il donnait $t_{48}=630,534_2\,^{\circ}$ C. A la même époque, McLaren et Murdock [2] considéraient $t_{48}=630,553\,^{\circ}$ C pour le point de l'antimoine à la suite d'une détermination indépendante. A sa 8° session (1967), le C.C.T. proposait $t_{48}=630,542\,^{\circ}$ C comme température de congélation de l'antimoine après avoir introduit dans la moyenne une troisième valeur, 630,54 °C, donnée par le N.S.L. (Australie). Sur proposition de Moser, on a ajouté 0,198 K à la valeur dans l'E.I.P.T.-48 et l'on a adopté dans l'E.I.P.T.-68 : $t_{\rm Sh}=630,74\,^{\circ}$ C.

Depuis 1968 on a effectué des recherches pour trouver la raison pour laquelle deux chercheurs indépendants, partant d'échantillons de même pureté nominale (99,999 9 %) et travaillant avec la même exactitude sur des thermomètres à résistance, arrivent à des résultats qui diffèrent de 19 mK.

Des comparaisons effectuées au N.R.C. par McLaren, Murdock et Crovini ont prouvé que l'échantillon Sb-Ley-1 [1] sur lequel on a déterminé la valeur de l'Istituto di Metrologia "G. Colonnetti" (1) (630,534 °C), était nettement moins pur que les échantillons du N.R.C. Des mesures faites à la fois avec des thermomètres du N.R.C. et un thermomètre de l'I.M.G.C. (TP 27 [1]) ont confirmé la différence entre l'I.M.G.C. et le N.R.C.; à cette occasion tous les thermomètres ont été étalonnés dans l'E.I.P.T. telle qu'elle est conservée au N.R.C. L'étude de la courbe de congélation de l'échantillon Sb-Ley-1 dans des conditions normales (palier de 2 heures) révèle un niveau de pureté inférieur caractérisé par un palier plus incline que celui des meilleurs échantillons du N.R.C.

De nouvelles expériences ont été effectuées à 1'I.M.G.C. en utilisant une technique "d'insufflation de qaz" comme il est proposé dans [1]. On a introduit une amélioration notable dans la technique, car on a utilisé un thermocouple à réponse rapide pour déceler l'instant où la formation de germes ("nucleation") se produit dans la masse de l'échantillon. Le dispositif de la figure 1 s'est montré le meilleur : un thermocouple chromel-alumel dans une gaine en acier inoxydable (diamètre extérieur 0,5 mm) est placé en contact intime avec la paroi externe du creuset. Un puits en silice qui s'étend à partir du milieu du creuset environ jusqu'à la région où la température est inférieure à 200 °C, empêche les vapeurs métalliques provenant du thermocouple d'atteindre le lingot d'antimoine. Pendant le refroidissement par le gaz, on observe une chute assez rapide de la force électromotrice du thermocouple comme on peut le voir sur la figure 2 : lorsque la formation de germes dans la masse débute, la f.é.m. atteint très rapidement une valeur correspondant à la température du palier. Dès que la f.é.m. augmente nettement, le flux de gaz est interrompu et le thermomètre est plongé dans le puits. Il en résulte que le puits et la surface du creuset se recouvrent assez bien d'une pellicule mince solide ; la partie solidifiée n'atteint pas 10 % de la quantité totale du métal et recouvre plus de 90 % de la surface du creuset qui est mouillée par le métal liquide.

On a soumis l'échantillon Sb-Ley-l à un traitement thermique prolongé à des températures variant de 720 à 800 °C

⁽¹⁾ En 1968, l'Istituto Termometrico Italiano est devenu une section de l'Istituto di Metrologia G. Colonnetti (I.M.G.C.).

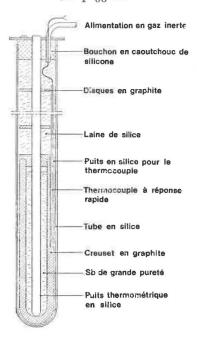


Fig. 1.- Montage du creuset dans le récipient qui contient l'échantillon.

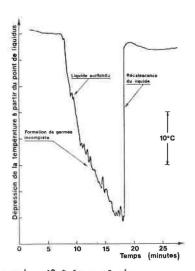


Fig. 2.- Pic de dépression dû à la surfusion. Les phénomènes dus à une formation

Les phénomènes dus à une formation de germes incomplète sont visibles sur la partie de la courbe correspondant au refroidissement. Les oscillations à la partie inférieure du pic peuvent être attribuées à l'efficacité réduite de l'insuflation de gaz.

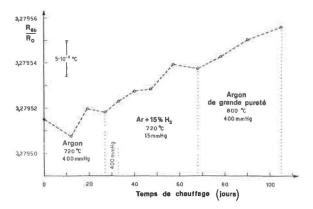


Fig. 3.- Régénération de l'échantillon Sb-Ley-I.

On donne la composition de l'atmosphère pour chaque phase du traitement thermique.

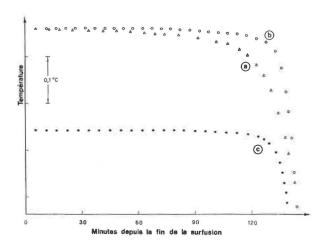


Fig. 4.- Courbes de congélation des échantillons d'antimoine..

- a) Sb-Ley-1 avant le traitement thermique correspondant à la figure 3.
- b) Sb-Ley-1 après 2500 h de traitement thermique.
- c) Sb-Ley-5 complètement désoxydé (surfusion de 23 K).

en atmosphère réductrice (argon pur ou de grande pureté ou mélange de gaz purs 85 % Ar + 15 % H, à une pression n'excédant pas 53,3 kPa [400 mmHg]). On a obtenu une régénération très lente mais nette de l'échantillon, comme on peut le voir sur la figure 3 sur laquelle sont portées les déterminations des points de liquidus en fonction de la durée du chauffage. La figure 4 (a,b) donne la comparaison des courbes de congélation avant le traitement et après un chauffage de 2500 h. Sur la base de ces résultats on peut attribuer la contamination de l'échantillon Sb-Ley-l en grande partie à l'oxygène dissous dans le métal en fusion. McLaren et Murdock [2] ont remarqué une dépression maximale du point de liquidus de 8 mK; nous avons éliminé une dépression d'environ 14 mK sur l'échantillon en question et on pourrait vraisemblablement trouver des dépressions plus importantes avant d'atteindre la saturation. Une fois que l'oxygène a été piégé dans l'antimoine, un équilibre assez stable se maintient, à la condition que le métal en fusion ne soit pas surchauffé au-dessus de 650 °C pendant une trop lonque durée : ce fait est confirmé par la reproductibilité du point de liquidus de Sb-Ley-1 dans des travaux antérieurs [1] et dans les mesures qui ont suivi en 1968.

On peut manipuler l'antimoine sans risque de contamination en prenant les simples précautions suivantes:

- a) Le tuyau d'alimentation en gaz entre la bouteille et l'appareil à réaliser le point de congélation, y compris le régulateur de pression, doit être étanche au vide et permettre l'évacuation jusqu'au robinet de la bouteille. On ne peut tolérer des fuites qui provoquent une augmentation de la pression de 1,3 kPa (10 mmHg) ou davantage sur 24 h à 53 kPa (400 mmHg).
- b) Le réservoir contenant l'échantillon et le creuset d'antimoine doit être évacué avec soin et purgé avec de l'argon de grande pureté (les teneurs en oxygène et en eau doivent être inférieures à 10^{-5}), et maintenu finalement à 800 °C pendant au moins 24 h sous une pression de 53,3 kPa (400 mmHg) d'argon.
- c) Des réglages de la pression en rajoutant du gaz après le traitement thermique ne sont pas recommandés , car ils introduisent très probablement de petites quantités d'oxygène qui ne peuvent être réduites avant de mesurer le point de liquidus.

Un moyen très utile pour détecter les petites quantités d'oxygène dissous est le pic de surfusion enregistré par le thermocouple à réponse rapide. D'après les résultats résumés au tableau I, il apparaît que les échantillons qui présentent un phénomène de surfusion sur plus de 12 K et pour lesquels il est évident que la formation de germes est incomplète dans le liquide en surfusion avant d'atteindre la température minimale (voir figure 2) donnent les points de liquidus les plus élevés. Les échantillons pour lesquels il y a une surfusion inférieure à 10 K sont, sans doute possible, contaminés par l'oxygène. La validité de ce critère pour d'autres impuretés n'est pas démontrée.

TABLEAU I

Point de liquidus de l'échantillon Sb-Co-2 avec trois thermomètres

Les valeurs les plus basses pour chaque thermomètre se rapportent à l'échantillon oxydé ; dans tous ces cas le métal liquide n'atteint jamais une surfusion supérieure à 10 K au cours de la formation de germes.

Thermomètre	Point de liquie (K)	dus Surfusion (K)	Caractér refroidisse	iques du t au gaz(1)	
LN1	630,750 9	20 10	195 90		oui non
LN2	630,752 5 ,749 9 ,749 4	26 2 7,5		s;	oui non non
NRC	630,752 2 ,749 0(2)	20 36	195 630		

⁽¹⁾ La première indication est la durée d'insufflation du gaz. La seconde indique si l'on peut ou non déceler des formations de germes incomplètes dans le liquide en surfusion.

On a fait des déterminations avec les thermomètres décrits au tableau II. Les thermomètres, du type Meyers, ont été étalonnés aux points de l'étain et du zinc en utilisant deux échantillons de chaque métal; les différences ont toujours été inférieures à 0,2 mK. Le thermomètre TP 27 a été étalonné aux mêmes points avec seulement un échantillon pour chaque métal.

⁽²⁾ La formation de germes a été provoquée dans une cellule scellée tout de suite après un traitement thermique convenable. Avant de noter la lecture du point de liquidus l'atmosphère d'argon a été en partie remplacée en introduisant du gaz au moyen d'une fuite contrôlée.

TABLEAU II

Caractéristiques et résultats de l'étalonnage des thermomètres

Thermomètre	Type et fournisseur	$R_0(\Omega)$	R_{100}/R_{0}	10 ³ .A(°C ⁻¹)	10 ⁶ ·B(°C ⁻²)
LN1(1)	Meyers (Leeds & Northrup)	25,534	1,392 637	3,984 928 2	- 0,585 578 2
LN2 (1)	Meyers (Leeds & Northrup)	25,484	1,392 542	3,983 976 7	- 0,585 533 7
NRC (1,2)	Meyers (Leeds & Northrup)	25,557	1,392 590	3,984 455 7	- 0,585 551 2
TP 27	Barber (I.M.G.C.)	1,398 2	1,392 484	3,983 382 6	- 0,585 420 9

⁽¹⁾ Tous les thermomètres Leeds and Northrup ont été modifiés en mettant un petit robinet à leur sommet et en les remplissant à nouveau selon les spécifications de Berry.

On a fait les étalonnages au point triple de l'eau après recuit du thermomètre. Cela oblige quelquefois à maintenir plusieurs fois pendant une demi-heure le thermomètre à
450 °C après la mesure au point de l'antimoine. On a utilisé
pour chaque point de congélation l'étalonnage au point triple
qui a été fait ensuite.

Les meilleures déterminations sont rassemblées dans le tableau III. On tient compte de deux échantillons : l'un de chez Leico (Sb-Ley-5), l'autre de chez Cominco Gardner (Sb-Co-2). On considère que les deux échantillons contiennent moins de 10-6 d'impuretés ; ils ont été placés dans les creusets avec tout le soin voulu. On ne pourra plus se servir de l'échantillon Sb-Ley-1 (Leico), car il a été contaminé au cours de la dernière manipulation (point de congélation 630,743 °C).

Une indication du degré de pureté de l'échantillon Sb-Ley-5 est donnée par le palier de congélation de l'échantillon désoxydé (figure 4c). La pente de la courbe est manifestement plus faible que celle des deux courbes qui ont été déterminées pour Sb-Ley-1. L'échantillon Sb-Co-2 semble être encore plus pur que Sb-Ley-5 car il donne des points de liquidus plus élevés. Les paramètres du domaine de fusion ne sont pas très sensibles aux petites variations du point de liquidus [2]; ils ne sont pas étudiés dans ce rapport. On ne tient compte dans le tableau III que des congélations pour lesquelles on a décelé une surfusion de 14 K ou plus.

⁽²⁾ Prêté par le Conseil National de Recherches, N.R.C. (Canada).

TABLEAU III

Meilleures déterminations du point de liquidus

On a choisi les congélations avec une surfusion de 14 K ou davantage

Thermomètre	Echantillon	Point de liquidus (K)	Surfusion (K)	Caractéristiques du refroidissement au gaz(I)
LNI	Sb-Co-2	630,750	20	195 s ; oui
	/ Sb-Co-2	630,752	26	345 s ; oui
LN2	Sb-Co-2 Sb-Ley-5	630,751 3	3 16	90 s ; oui
	1 "	,750	5 14	180 s ; non
	\$ "	,750 8		180 s ; oui
	1 "	,751 3	3 20	240 s ; oui
	("	.752 (23	240 s ; oui
	/ n	,751	23	240 s ; oui.
NRC	Sb-Co-2	630,752	2 20	195 s ; oui
TP27	Sb-Co-2	630,755	4 33	510 s ; oui
	Sb-Co-2 " Sb-Ley-5	,753		180 s ; oui
	Sb-Lev-5	630,755	0 14	60 s ; non
	("	,755		IIO s ; oui

(1) Voir la note (1) du Tableau I.

Comme valeur du point de liquidus on obtient fina-

$$t_{\rm Sb}$$
 = 630,752 4 °C

qui est la moyenne des meilleures lectures de tous les thermomètres qui sont elles-mêmes les moyennes des déterminations de chaque thermomètre (2).

Pour cette détermination, on peut estimer à \pm 2 mK l'exactitude pour les raisons suivantes :

- a) On a mesuré les rapports de résistance avec un pont de Mueller type G4 qui permet une exactitude supérieure à \pm 1 \times 10 $^{-6}$.
- b) Les points d'étalonnage sont reproductibles à 0,2 mK, ce qui donne une incertitude inférieure à 1 mK au point de l'antimoine.

⁽²⁾ On obtient une température de 630,752 6 °C pour le point de liquidus en faisant la moyenne des seules déterminations pour lesquelles la surfusion dépasse 20 K. Ce critère sévère semble le plus approprié pour choisir des échantillons complètement désoxydés, une fois résolu le problème d'isolation du thermomètre.

c) La plus grande source d'erreur demeure encore l'isolation des thermomètres. Le thermomètre du type Barber en silice fondue ayant une faible résistance devrait assurer de très faibles fuites. En fait on vient d'obtenir les valeurs les plus élevées avec ce thermomètre.

De plus, les différences entre les thermomètres restent identiques même si le point de liquidus se modifie par suite de contamination par l'oxygène. La différence entre les meilleures déterminations faites avec le thermomètre qui donne l'indication la plus élevée et celui qui donne l'indication la plus basse est environ 4 mK et confirme l'exactitude indiquée ci-dessus.

BIBLIOGRAPHIE

- CROVINI (L.), Comité Consultatif de Thermométrie, 8e session, 1967, pp. 56-59.
- 2. McLAREN (E.H.), MURDOCK (E.G.), Can. Jour. Phys., 46, 1968, p. 401.
- MOSER (H.), Comité Consultatif de Thermométrie, 8^e session, 1967, pp. 91-95.
- 4. BERRY (R.J.), Metrologia, 2, 1966, p. 80.

Thermométrie à résistance de platine jusqu'au point de l'or

Par M. V. CHATTLE

National Physical Laboratory (Royaume-Uni)

Résumé

Des recherches sont en cours sur le comportement aux températures élevées d'un groupe de thermomètres à résistance de platine du modèle "bird cage" d'Evans et Burns (N.B.S.). L'élément résistant est un fil de platine de 0,4 mm de diamètre monté sur une forme en silice. La résistance est 0,2 Ω environ à 0 °C et 1 Ω environ au point de 1'or.

Les thermomètres subissent un traitement thermique à 1100 °C pendant plusieurs centaines d'heures par le fabricant. Leur reproductibilité est contrôlée par des mesures aux points de congélation de l'étain, du zinc, de l'antimoine, de l'argent et de l'or, et au point triple de l'eau. Les mesures de résistance sont faites en courant alternatif avec un pont à équilibrage automatique.

Avec un courant de mesure de 20 mA on atteint une sensibilité supérieure à 0,5 mK.

Dans l'état actuel des recherches la reproductibilité des rapports de résistance $\frac{R(T)}{R(0)}$ aux points fixes correspond à 10 mK environ, à condition d'éliminer tous les défauts par effet de trempe par un traitement thermique approprié.

Stabilité du thermomètre à résistance de platine de 25 Ω jusqu'à 1 100 °C

Par S. SAWADA et T. MOCHIZUKI National Research Laboratory of Metrology (Japon)

Résumé

Pour la thermométrie à résistance aux températures élevées. on a fabriqué et essayé un nouveau type de thermomètre dont l'élément sensible est un fil fin de platine d'environ 0,08 mm de diamètre. Son cadre, les parties isolantes et la gaine sont en silice fondue, dont la résistance d'isolement s'est montrée à l'usage suffisamment élevée, même à 1100 °C. Pour évaluer sa stabilité, on examine le changement de résistance sous l'effet du chauffage en observant la résistance à 0 °C et à 100 °C pour dix thermomètres du même type. Un essai au-dessous de 1000 °C laisse à penser que le thermomètre conserve la même stabilité que le thermomètre à résistance étalon au-dessous de 630 °C. Au premier stade de chauffage à 1100 °C, sa résistance s'est comportée comme si l'élément sensible était contaminé, mais par la suite la résistance est devenue stable. On a essayé l'un des thermomètres pendant 3000 heures à 1100 °C. Il était très stable, sans donner d'autre signe de contamination, mais on notait une fluctuation de + 5 mK sur Ro. Sur une période d'essai plus courte, Ro était reproductible à mieux que 1 mK. On en a tiré la conclusion que le fil fin convient aussi pour la thermométrie aux températures élevées.

Stabilité des thermomètres à résistance de platine

Par R. L. ANDERSON

National Bureau of Standards (États-Unis d'Amérique)

Résumé

On a étudié quelques-uns des paramètres chimiques et physiques qui peuvent affecter la stabilité des thermomètres à résistance de platine, en particulier les paramètres qui peuvent influencer la stabilité des thermomètres au point de l'or (1 064 °C). Pour faciliter ces recherches on a conçu une forme nouvelle simplifiée pour l'élément sensible du thermomètre à résistance. La nouvelle forme, appelée "steeple", permet la fabrication de thermomètres à partir de monocristaux de platine. La mise au point de ces thermomètres à faible résistance (de l'ordre de 0,02 Ω au point de congélation de l'eau) a été rendue possible grâce à un nouveau pont de résistance à courant alternatif. On a fait des mesures sur des thermomètres vieillis à plus de 1 000 °C sur de longues périodes. Parallèlement, on a effectué des travaux de recherche sur l'effet du vieillissement des fils en utilisant le microscope électronique à balayage du N.B.S. Certains résultats peuvent s'appliquer aux thermomètres à résistance étalons.

Eutectiques binaires métalliques utilisés comme points fixes thermométriques

Par J. V. McALLAN

National Standards Laboratory (Australie)

Résumé

Les chercheurs qui travaillent sur les étalons de température ont admis depuis longtemps que les eutectiques. en particulier Ag-Cu, se congèlent d'une façon comparable aux métaux purs. Il n'en est rien. Un eutectique binaire forme simultanément deux phases solides de composition très différente. Au cours de la congélation, le matériau rejeté à l'interface de l'une des phases solides doit diffuser à travers le liquide pour être absorbé par la croissance de la seconde phase solide. Cela rend la température de congélation sensible à la vitesse de la congélation. La formation de germes dans les deux phases a lieu de façon différente et cela fait que la composition en avant de l'interface de congélation diffère beaucoup de la composition nominale. Les deux solides ont souvent des densités nettement différentes et se déplacent par gravité à des vitesses différentes, ce qui entraîne une "segrégation gravitationnelle". Bien que de tels écarts par rapport à la composition nominale entraînent un abaissement du point de congélation, les travaux sur les eutectiques Al-CuAl2, Sn-Zn, Cd-Zn et Ag-Cu ont montré que leur fusion n'est pas très sensible à ces effets et qu'elle est comparable à la fusion d'un métal pur. Par conséquent, le point de fusion d'un eutectique peut être utilisé à ± 0,005 °C près, et même mieux, en utilisant des produits purs et une technique décrite dans cet article.

La température du point de l'eutectique Al-CuAl₂ est $t_{68} = 548,256 \pm 0,005$ °C.

Influence des défauts cristallins du platine sur les thermomètres à résistance de platine

Par R. J. BERRY Conseil National de Recherches (Canada)

Résumé

On a étudié les influences des défauts, ou tensions, des cristaux sur la résistivité d'un fil de platine utilisé en thermométrie, en insistant particulièrement sur les influences des défauts qui sont souvent introduits dans les éléments sensibles en platine au cours de la fabrication et de l'emploi des thermomètres à résistance de platine. On a mesuré sur un large domaine de température les changements de résistance occasionnés par effet de trempe, le ployage et l'étirage des fils de platine. En utilisant des techniques de recuit isochrones; on a identifié les défauts, là où c'était possible, et on a déterminé le domaine de température dans lequel 11s sont mobiles. En partant de ces résultats, on a déterminé les changements dans les étalonnages de thermomètres qui sont liés à certains types de défauts ; on a étudié les écarts à la règle de Matthiessen et l'on indique les procédés convenables pour éliminer ces défauts par recuit.

Confrontation de la méthode des points fixes et de la méthode comparative pour l'étalonnage des thermocouples Pt-Rh/Pt dans le domaine de 0 à 1 064 °C

Par T. P. JONES
National Standards Laboratory (Australie)

Résumé

On a déterminé les incertitudes introduites dans l'étalonnage des thermocouples platine rhodié/platine par chacune des quatre méthodes d'interpolation considérées. La méthode d'interpolation la plus exacte consiste à ajuster une courbe d'étalonnage d'après les différences entre les forces électromotrices mesurées aux points fixes et les tables de référence.

Dans le domaine de 0 à 1 064 °C, les étalonnages de thermocouples en Pt-10 % Rh/Pt fondés sur une représentation parabolique pour la f.é.m. au-dessus de 630 °C et sur la comparaison directe avec un thermomètre à résistance étalon au-dessous de 630 °C présentent des incertitudes (limites de confiance 99 %) d'environ + 0,2 °C. L'étalonnage des thermocouples Pt-10 % Rh/Pt et Pt-13 % Rh/Pt par comparaison avec des thermocouples analogues donne des incertitudes de l'ordre de ± 0,3 °C. L'incertitude de l'étalonnage par interpolation entre les points fixes est au mieux d'environ + 0,3 °C lorsque la f.é.m. est bien représentée par une équation parabolique, et d'environ ± 0,6 °C dans le cas contraire. Ainsi, l'incertitude des étalonnages fondés sur la méthode comparative est inférieure ou égale à celle de la méthode des points fixes. De plus, l'efficacité et la commodité de l'étalonnage des thermocouples en utilisant un four programmé et un équipement d'acquisition de données automatique et précis font donner la préférence à la méthode comparative sur celle des points fixes pour l'étalonnage des thermocouples platine rhodié/ platine dans le domaine de 0 à 1 064 °C.

Nouvelles tables de référence pour les thermocouples Pt-10 % Rh/Pt et Pt-13 % Rh/Pt

Par R. E. BEDFORD et C. K. MA Conseil National de Recherches (Canada)

C. R. BARBER, T. R. CHANDLER et T. J. QUINN National Physical Laboratory (Royaume-Uni)

G. W. BURNS et M. SCROGER
National Bureau of Standards (États-Unis d'Amérique)

Résumé

A la suite d'un programme commun entre le N.B.S. (États-Unis), le N.P.L. (Royaume-Uni) et le N.R.C. (Canada) on a préparé de nouvelles tables de référence pour les thermocouples Pt-10 % Rh/Pt et Pt-13 % Rh/Pt. Des fils de platine de grande pureté ($\alpha \geqslant 1,392$ 4 x 10^{-3}) et des fils en alliage contenant aussi exactement que possible respectivement 10 % et 13 % de rhodium avaient été fournis par sept fabricants américains et britanniques ; on a construit 32 thermocouples Pt-10 % Rh/Pt et 36 thermocouples Pt-13 % Rh/Pt. Les étalonnages primaires au-dessous de 1 064,43 °C ont été effectués au N.B.S. et au N.R.C. ; au-dessus de 1 064,43 °C ils ont été faits au N.P.L. ; les comparaisons des thermocouples sur la totalité du domaine de température ont été faites au N.B.S. et au N.R.C.

En appliquant la méthode des moindres carrés avec des polynômes orthogonaux à un groupe choisi de thermocouples de chaque type, on a obtenu des polynômes qui ont permis d'établir des tables de référence.

Nouvelles considérations sur la préparation, les propriétés et les limitations du thermocouple étalon en thermométrie

Par E. H. McLAREN et E. G. MURDOCK Conseil National de Recherches (Canada)

Résumé

L'étude et l'évaluation des caractéristiques d'immersion des couples étalons Pt-10 % Rh/Pt aux points fixes des métaux (Sn, Zn, Sb, Ag, Cu) ont conduit à des recherches poussées sur les propriétés fondamentales du thermocouple qui entraînent des limitations et des défaillances graves (0,1 - 1,0 °C) dans la thermométrie avec les thermocouples. Dans le domaine de 630 à 1 100 °C, lorsqu'on immerge les éléments dans les lingots en congélation à des profondeurs d'immersion suffisantes pour surmonter les pertes par conduction thermique initiales, la f.é.m. thermique d'un thermocouple étalon recuit augmente à des taux variant de 0,1 à 1,0 μV par centimètre d'immersion selon la température du point fixe et les antécédents thermiques du fil aux températures élevées.

L'étude a porté sur de nombreux facteurs qui influent sur l'allure des gradients d'immersion : efficacité, pour la stabilisation et le contrôle du pouvoir thermo-électrique, des processus préalables de traitement thermique utilisant à la fois des recuits du fil par chauffage par effet Joule et des recuits dans un four après montage sous gaine ; variations dans les caractéristiques d'immersion particulières des éléments en platine et en platine à 10 % de rhodium ; écrouissage introduit

par la trempe du fil dans l'air; influences des défauts du type lacunaire piégés par effet de trempe et du recuit ultérieur à 450 °C après montage sous gaine; influence de l'oxydation superficielle du rhodium sur l'élément en alliage; effets électriques dus à la gaine, résistance de fuite des isolants et pertes par rayonnement dans les puits thermométriques en silice transparente et dans les gaines.

Ces facteurs nuisent sérieusement à la bonne réalisation des points fixes qui servent à l'étalonnage et introduisent incontestablement de grosses erreurs systématiques dans les mesures de température ultérieures.

Température du point de congélation de l'or

Par J. BONHOURE

Bureau International des Poids et Mesures

La valeur attribuée au point de congélation de l'or dans l'E.I.P.T.-68 résulte de plusieurs déterminations, toutes faites au thermomètre à gaz et qui présentent entre elles une dispersion supérieure à 0,5 K. Par ailleurs, deux études effectuées par pyrométrie optique (1) ont fourni des valeurs plus faibles de quelques 0,1 K. Devant ces désaccords le B.I.P.M. a décidé en 1966 d'entreprendre une détermination de ce point fixe, également par pyrométrie, mais dans des conditions de réalisation différentes.

Le principe de mesure consiste à comparer les luminances monochromatiques (longueur d'onde voisine de l μm) de deux cavités rayonnantes identiques assimilables à des corps noirs, observées alternativement ; les cavités sont maintenues respectivement à 630 °C et l 064 °C et contrôlées par deux thermocouples qui fournissent les valeurs des températures dans l'E.I.P.T. Si à 630 °C l'écart entre la température vraie et sa valeur dans l'E.I.P.T. est connu, la méthode pyrométrique permet de déterminer l'écart correspondant à l 064 °C.

⁽¹⁾ HALL (J.A.), Metrologia, 1, 1965, p. 140. HEUSINKVELD (W.A.), Metrologia, 2, 1966, p. 61.

Les cavités rayonnantes sont creusées dans des blocs de nickel pur (95 %); ce sont des cylindres (hauteur 90 mm, diamètre 70 mm, ouverture de 10 mm de diamètre), à fond incliné de 23°, dont la surface est munie de stries et d'aspérités qui portent le rapport surface/ouverture à 700 (fig. 1). Les blocs de nickel sont montés dans des fours de grande inertie thermique, à cinq enroulements de chauffage indépendants, ce qui permet de réaliser une uniformité de température de l'ordre de 0,1 K tout au long des cavités rayonnantes; les thermocouples, protégés par des gaines en alumine pure, sont placés à l'intérieur des cavités. Enfin, les deux fours sont montés sur un chariot à commande pneumatique qui permet d'amener alternativement l'ouverture de chaque cavité face au récepteur, avec une incertitude inférieure à quelques 0,1 mm.

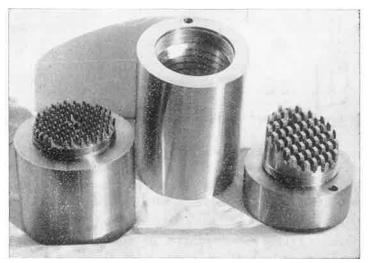


Fig. 1.- La cavité rayonnante avant assemblage. De gauche à droite : le couvercle, le cylindre et le fond.

Le comparateur de luminance (fig. 2) est un récepteur linéaire à tube photoélectrique (cathode Cs-Ag-O) associé à un amplificateur à courant continu ; un diviseur de luminance par un facteur 2 ou par un facteur 4 facilite les comparaisons. L'optique comprend des objectifs et deux diaphragmes qui définissent complètement l'étendue géométrique du faisceau ; les objectifs étant achromatisés pour les longueurs d'onde de 0,546 µm et 1,014 µm, le rayonnement d'une lampe à vapeur de mercure traversant l'optique en sens inverse et s'appuyant sur les deux mêmes diaphragmes permet de contrôler le centrage des cavités rayonnantes sur l'axe optique du système. Enfin, le domaine

spectral désiré est obtenu en introduisant dans la partie du faisceau en lumière parallèle, l'un des six filtres interférentiels disponibles dont les pics de transmission sont à peu près régulièrement répartis de 0,94 à 1,02 μm (bande passante à mi-hauteur ≈ 15 nm).

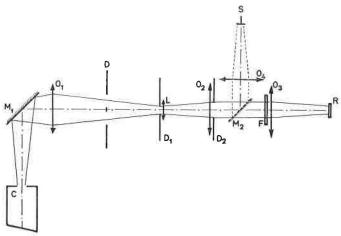


Fig. 2.- Dispositif optique du comparateur de luminance.

Depuis janvier 1970 on a déjà effectué quatre séries de mesures, soit par comparaison directe des températures 630 °C et 1 064 °C, soit en utilisant un palier intermédiaire (806 °C), soit en utilisant trois paliers intermédiaires (720, 820 et 960 °C). Les résultats obtenus peuvent être résumés comme suit :

- Pour chaque filtre interférentiel pris individuellement, les quatre valeurs de la température du point de congélation de l'or sont en accord à 0,3 K près (l'accord est de 0,1 K entre les trois dernières valeurs).
- Il existe des écarts systématiques entre les filtres; le tableau I donne les écarts ΔT (exprimés en kelvins) des six filtres par rapport à leur moyenne; les numéros des filtres correspondent approximativement aux longueurs d'onde (en nm) des pics de transmission.

TABLEAU I

Date	De 630 à 1 064 °C Comparaison	N° 943	N° 959	N° 975	n° 986	№ 994	N°1016
Mars 1970	directe	- 0,16	- 0,09	+ 0,10	- 0,10	+ 0,03	+ 0,21
Oct. 1970	3 paliers	- 0,12	- 0,07	+ 0,18	- 0,10	+ 0,02	+ 0,10
Fév. 1971	l palier	- 0,12	- 0,08	+ 0,15	- 0,09	0,00	+ 0,16
Mars 1971	directe	- 0,09	- 0,08	+ 0,15	- 0,09	+ 0,02	+ 0,07
Moyenne		- 0,12	- 0.08	+ 0,14	- 0.10	+ 0.02	+ 0.14

- Dans l'état actuel des mesures, la valeur attribuée dans l'E.I.P.T. à la température du point de congélation de l'or semble trop élevée de quelques 0,1 K; celle du point de congélation de l'argent, contrôlée en octobre 1970 uniquement, semble correcte.
- De l'expérience acquise au cours de ces différentes mesures, il ressort que le problème le plus critique est la détermination précise de la transmission des filtres interférentiels dans un domaine spectral très étendu de part et d'autre du pic de transmission principal. Lors de mesures ultérieures, on espère pouvoir remédier à ce type de difficultés.

(Juin 1971)

Comparaison de l'E.I.P.T.-1968 au-dessus de 1 064 °C entre quatre laboratoires nationaux

Par H. J. KOSTKOWSKI et R. D. LEE National Bureau of Standards (États-Unis d'Amérique)

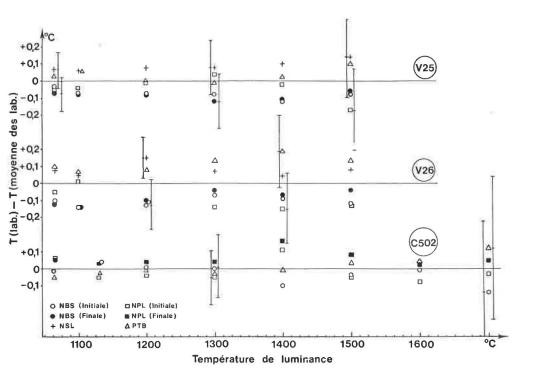
Résumé

Quatre laboratoires nationaux (N.B.S., N.P.L., N.S.L. et P.T.B.) ont récemment participé à une comparaison de très grande précision de l'E.I.P.T.-68, telle qu'on la réalise à l'aide de pyromètres photoélectriques de grande exactitude.

La comparaison a été effectuée, jusqu'à 1 700 °C, avec des lampes à ruban de tungstène dans le vide spécialement conçues. Deux d'entre elles (V25 et V26) étaient les lampes à vide récemment mises au point au N.B.S. par Quinn et Lee ; elles ont une stabilité à long terme supérieure à 0,1 K. Une troisième lampe (C502) était une nouvelle lampe à culot refroidi par circulation d'eau, fabriquée pour le N.P.L. par la General Electric Company Ltd, Grande-Bretagne, et vieillie comme les lampes de Quinn-Lee. On a également utilisé deux lampes à atmosphère gazeuse de type commercial plus ancien (G31 et G32) de façon à obtenir au moins un point de température à environ 2 200 °C.

Afin d'atteindre une précision aussi élevée que possible, on a déterminé les influences suivantes sur les mesures de laboratoire : différences dans la température ambiante, mouvements de l'air ou convection, surface visée et ouverture relative du pyromètre. Dans trois des laboratoires on a effectué des mesures sur le rapport $\Delta T/\Delta \lambda$ des lampes de façon à

pouvoir faire des corrections exactes pour les différences dans les longueurs d'onde effectives des pyromètres. Pour transporter les lampes on a utilisé des emballages spécialement construits et éprouvés. La comparaison a débuté en octobre 1970. L'analyse complète des résultats de cette comparaison n'est pas encore achevée. La figure donne toutefois, pour les lampes à vide, les valeurs provisoires de la différence, en fonction de la température, entre le résultat de chaque laboratoire et la moyenne des quatre laboratoires. En calculant la moyenne on n'a



utilisé pour le N.B.S. (et pour le N.P.L. dans le cas de C502) qu'une seule valeur : la moyenne des valeurs initiale et finale. On a indiqué quelques-unes des incertitudes estimées (barres verticales). Le N.S.L. n'a pas pris part à la comparaison avec la lampe C502 à cause d'un problème particulier de mesure que cette lampe posait lorsqu'on utilise le grand rapport d'ouverture du pyromètre du N.S.L.

Les deux points suivants résument les résultats de la comparaison :

- 1. Les étalonnages d'une lampe à ruban de tungstène des quatre laboratoires nationaux participants concordent dans la limite des incertitudes estimées.
- 2. Les résultats de cette comparaison sont représentatifs de l'état actuel de la réalisation de l'Echelle Internationale Pratique de Température au-dessus de 1 064 °C et de l'étalonnage des lampes à ruban de tungstène.

Réalisation de l'Échelle Internationale Pratique de Température au-dessus du point de l'or

Par F. LANZA, R. PERISSI et T. RICOLFI Istituto di Metrologia G. Colonnetti (Italie)

Abstract.- A photoelectric pyrometer is described with which the I.P.T.S. has been realized from the gold point to about 2500 °C. Details are given on the calibration procedure together with the estimated uncertainties in realizing the I.P.T.S.

Résumé.- On décrit un pyromètre photoélectrique avec lequel on a réalisé l'E.I.P.T. à partir du point de l'or jusqu'à environ 2500 °C. On donne des détails sur la méthode d'étalonnage ainsi que l'estimation des incertitudes dans la réalisation de l'E.I.P.T.

1. INTRODUCTION

L'E.I.P.T. au-dessus du point de l'or a été réalisée avec un pyromètre à courant continu qui comprend comme élément essentiel un atténuateur optique réglable de grand pouvoir de résolution et de grande reproductibilité. L'atténuateur utilise un système de deux polariseurs dichroīques linéaires à pouvoir d'extinction élevé. Au cours de la première étape de nos travaux, on avait essayé un système à trois polariseurs mais cela entraînait une perte de luminosité plus grande qui n'était compensée par aucun autre avantage. Comme la transmission du dispositif dépend de l'état de polarisation du rayonnement incident, nous avons mis du temps à trouver un dépolariseur convenable.

Un certain nombre d'essais ultérieurs effectués avec des sources partiellement polarisées ont montré que l'étalonnage

de l'atténuateur était, dans une large mesure, indépendant de la polarisation. Des essais complémentaires ont également confirmé que la transmission n'est pas affectée par l'échauffement dû à la lumière incidente ni par des réflexions internes. On a exécuté une dernière expérience afin de contrôler la constance de la transmission dans le temps. L'atténuateur a été éclairé pendant 500 heures par une source à 1500 °C sans qu'il soit possible de déceler une modification quelconque de sa courbe d'étalonnage initiale.

Les caractéristiques ci-dessus rendent ce type d'atténuateur approprié à la réalisation de l'E.I.P.T. avec une grande précision ; en outre, la possibilité de mesurer les températures dans un domaine continu en font un instrument très utile pour la plupart des applications pratiques.

2. DESCRIPTION DU PYROMÈTRE

La figure 1 montre le système optique du pyromètre. La source de référence \mathbf{S}_{R} est une petite lampe à ruban de tungstène dans un vide poussé (General Electric Ltd.).

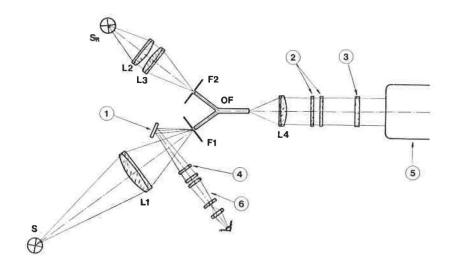


Fig. 1.- Système optique du pyromètre.

1, Miroir; 2, Polariseurs; 3, Filtre passe-bande; 4, Verre rouge;
5, Photomultiplicateur; 6, Lunette d'observation.

Le rayonnement des sources externe et de référence est focalisé à travers les objectifs L1, L2, L3 sur les

diaphragmes (0,8 mm) F1 et F2 qui sont placés à l'extrémité des deux branches d'un quide de lumière OF en forme de Y. Un volet à commande manuelle permet d'alterner les images des deux sources sur le récepteur. Un système télescopique permet d'aligner et de mettre au point l'image de la source externe sur le diaphragme. Le quide de lumière sert à la fois de mélangeur de faisceaux et de dépolariseur pour le rayonnement incident. Son rôle de dépolariseur a été suggéré par les résultats obtenus par quelques chercheurs avec des tiges en quartz [1,2]. Selon la référence [2] la dépolarisation dans une tige en quartz est due aux réflexions internes et augmente avec le nombre de réflexions. Comme le diamètre des fibres de verre dont est fait le guide est très petit (0,050 mm) par rapport à leur longueur (chaque branche a 50 mm de long), on peut s'attendre à un grand nombre de réflexions et par conséquent à une dépolarisation efficace. La validité de cette hypothèse a été confirmée de façon expérimentale, de telle sorte que le pyromètre semble exempt de toute polarisation partielle de la source, au moins dans la mesure où des lampes à ruban de tungstène peuvent en être affectées.

La lentille L4 fournit un faisceau parallèle qui pénètre dans l'atténuateur optique essentiellement composé de deux polariseurs dichroïques linéaires, sous verre, disposés dans deux plans parallèles. Les polariseurs ont été fournis par Polaroïd Corp. (type HN-22) et leurs propriétés sont bien connues[3]. En faisant tourner le premier polariseur dans son plan on obtient une variation continue de la transmission qui dépend de la position angulaire relative des deux polariseurs. Les angles sont lus à l'aide d'un cercle gradué, monté sur le rotor qui supporte le premier polariseur, et d'un microscope micrométrique. On peut faire les lectures avec une résolution de 0,1'.

Une bande passante spectrale centrée sur 0,665 0 μm avec une largeur de bande de 15 nm est définie par un filtre interférentiel placé devant le récepteur. Celui-ci est un photomultiplicateur EMI 9558 B ayant une réponse spectrale S-20. Le photomultiplicateur fonctionne à - 30 °C dans une enceinte refroidie par effet Peltier de façon à améliorer le rapport signal/bruit ; il en résulte une compensation de l'importante absorption du rayonnement qui se produit dans le guide de lumière et les polariseurs. La tension qui apparaît sur la résistance d'anode (2 $M\Omega$) est appliquée à l'entrée d'un amplificateur opérationnel de gain unité en tension et ensuite à un

convertisseur tension-fréquence. Un compteur assure l'intégration sur des durées allant jusqu'à 100 s, alors qu'on utilise en fait une période d'intégration allant jusqu'à 10 s. La sensibilité du système est d'environ 1,3 mV/°C au point de l'or lorsqu'on applique 750 V au photomultiplicateur.

3. ÉTALONNAGE DU PYROMÈTRE

3.1 Étalonnage au point de l'or. Un lingot d'or (pureté de 99,999 %) de 1000 g a été solidifié dans un creuset en graphite (fig. 2) chauffé dans un four à trois enroulements chauffants en nichrome contrôlés de façon indépendante. Le pyromètre visait

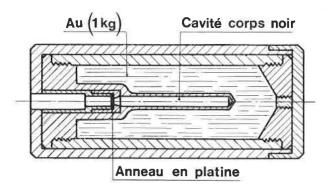


Fig. 2.- Creuset et corps noir pour le point de l'or.

l'ouverture de 2 mm d'un corps noir cylindrique (50 mm de long, diamètre intérieur 5 mm, épaisseur de paroi 1 mm) plongé dans le métal. On rencontra quelques difficultés pour centrer et mettre au point l'image de l'ouverture de la cavité sur le pyromètre ; ces difficultés furent surmontées en entourant le trou de 2 mm d'un anneau de platine chauffé par un courant. De cette façon on pouvait contrôler l'alignement quelle que soit la température. Après quelques mesures préliminaires au point de l'or, il s'avéra que la lampe de référence était perturbée par les variations de la température ambiante ; c'est pourquoi on la plaça dans une enceinte refroidie par circulation d'eau et thermorégulée à ± 0,1 °C.

On a obtenu un écart-type de 0,02 °C dans l'étalonnage de la lampe de référence au point de l'or en effectuant un certain nombre de congélations sans enlever le pyromètre, alors

que l'on obtenait 0,03 °C lorsque le pyromètre était enlevé et réaligné après chaque congélation. En tenant compte d'une faible quantité de rayonnement parasite que l'on a détectée aux alentours du trou de visée et peut-être d'une petite absorption par le gaz du four, l'étalonnage au point de l'or a été entaché d'une incertitude estimée à \pm 0,05 °C.

3.2 Longueur d'onde effective. - La longueur d'onde effective du pyromètre a été calculée à partir de l'équation [4]

(1)
$$\frac{1}{\lambda_{e}} = \frac{\int_{o}^{\infty} N_{b\lambda} R_{\lambda} d\lambda / \lambda}{\int_{o}^{\infty} N_{b\lambda} R_{\lambda} d\lambda}$$

où $\lambda_{\rm e}$ est la longueur d'onde effective, λ la longueur d'onde, $N_{\rm b\lambda}$ la fonction de Planck, R_{λ} la réponse spectrale relative du pyromètre comprenant la transmission des éléments optiques et la réponse spectrale du photomultiplicateur. R_{λ} a été déterminé expérimentalement au moyen d'un monochromateur à réseau et d'une lampe à ruban de tungstène comme source. Les observations furent faites à intervalle de 1 nm entre 0,620 0 µm et 0,700 0 µm à cinq températures différentes dans le domaine de 1400 à 2250 °C. Les valeurs mesurées de R_{λ} ont été corrigées pour tenir compte de l'émissivité spectrale de la lampe (en se fondant sur les résultats de De Vos pour le tungstène [5]), et du facteur de transmission spectrale du monochromateur préalablement déterminé à l'aide d'un thermocouple noirci à l'or.

A partir d'une série de mesures effectuées avec des bandes passantes différentes dans le monochromateur et avec des explorations du spectre dans les deux sens, on a évalué à \pm 0,1 nm l'incertitude globale pour la longueur d'onde effective.

3.3 Étalonnage de l'atténuateur optique.- Le facteur de transmission d'un ensemble de deux polariseurs dichroīques linéaires en fonction de leur position angulaire relative est donné dans [6]. Dans notre cas, l'application de cette relation suppose, entre autres, que les axes soient parallèles dans la position zéro. Comme cette condition est difficile à atteindre avec la précision voulue, on a procédé à un étalonnage indépendant de l'atténuateur. Cet étalonnage a été effectué par une méthode d'addition en se servant de la lampe de référence et d'une lampe annexe à ruban de tungstène. Cette méthode est assez comparable à celle qui a été utilisée par Lee [4]. Les seules différences sont que dans le cas présent on utilise seulement deux lampes au lieu de trois (et par conséquent les rapports fractionnaires

sont exclus) et qu'on utilise un guide de lumière au lieu d'un diviseur de faisceau.

Un étalonnage a été effectué en sept points correspondant aux transmissions de 2^{-1} à 2^{-7} . L'ensemble des points expérimentaux a été représenté par un polynôme du quatrième degré en cos α , α étant l'angle de rotation.

En partant de 1064,43 °C (point de l'or dans l'E.I.P.T.-68), le rapport de luminance énergétique 2⁷ correspond à une température de 1637,7 °C. On obtient l'extension de l'Échelle vers des températures plus élevées en réglant la lampe de référence à une température du domaine de 1064,45 °C à 1637,7 °C. Par exemple, si l'on prend 1429,25 °C comme point de référence (on obtient ce point de référence au moyen du rapport 2⁵ par rapport au point de l'or) le point d'étalonnage supérieur de l'atténuateur donne une température de 2480 °C.

Il convient de noter que le point de référence 1429,25 °C serait trop élevé pour une lampe à vide et entraînerait un manque de stabilité. En fait, le filament de la lampe est maintenu à une température plus basse (1300 °C) par suite de l'ouverture différente des deux objectifs.

La température de 2480 °C est largement suffisante pour une lampe à ruban de tungstène à atmosphère gazeuse. De toute façon, si l'on a besoin d'une extension ultérieure de l'Échelle, on peut l'obtenir en utilisant des filtres neutres.

4. INCERTITUDES DANS LA RÉALISATION DE L'E.I.P.T.

Les incertitudes de réalisation de l'E.I.P.T. sont données dans le tableau I. Les treize nombres de la première colonne sont respectivement :

- la température du point de congélation de l'or,
- les températures obtenues avec les rapports de luminance énergétique de 2 1 à 2 5 par rapport au point de 1'or,
- les températures correspondant aux rapports de luminance énergétique de 2^1 à 2^7 par rapport au point de référence 1429,25 °C.

Les incertitudes partielles résultant des erreurs dans la réalisation du point de l'or et dans la mesure de la longueur d'onde effective ont été déduites des incertitudes ci-dessus mentionnées de ± 0,05 °C pour le point de l'or et de ± 0,1 nm pour la longueur d'onde effective. En ce qui concerne la part de l'incertitude sur les rapports de luminance énergé-

tique dans l'incertitude globale, les valeurs mentionnées au tableau I ont été déduites de l'écart-type des mesures, en tenant compte des erreurs composées provenant des étapes successives de l'étalonnage. On a obtenu les incertitudes globales en combinant les carrés de leurs contributions respectives.

TABLEAU I

Incertitudes dans la réalisation de l'E.I.P.T.

Incertitudes (en °C) de la longueur du point de du rapport de Température globales d'onde effective luminance énergétique référence (en °C) 1064,43 ± 0,050 ± 0,05 1124,34 ± 0.055 ± 0,009 \pm 0,015 ± 0,06 1189,85 ± 0,060 ± 0,021 \pm 0,020 ± 0,07 1261,81 ± 0,066 ± 0,034 ± 0,025 ± 0,08 1341,20 \pm 0,073 ± 0,050 ± 0.034 ± 0,10 1429,25 ± 0,080 ± 0,070 ± 0,054 ± 0,12 1527,44 ± 0.13 ± 0,02 ± 0,025 ± 0,14 1637,65 ± 0,15 ± 0,035 ± 0,035 ± 0,16 1762,22 ± 0,17 ± 0,06 ± 0,04 ± 0,19 1904,13 ± 0,20 ± 0.09 ± 0,06 ± 0,23 2067,32 ± 0,12 ± 0,23 ± 0,10 ± 0,28 2256,88 ± 0,27 ± 0,19 ± 0,15 $\pm 0,36$ 2479,85 ± 0,31 \pm 0,26 $\pm 0,27$ ± 0,49

BIBLIOGRAPHIE

- CERDEIRA (F.), LETTENBERGER (R.), CARDONA (M.), Bull. Amer. Phys. Soc., 12, 1967, p. 1049.
- 2. PORTIGAL (D.L.), Appl. Optics, 8, 1969, p. 838.
- SHURCLIFF (W.A.), BILLINGS (B.M.), American Institute of Physics
 Handbook, 2nd Edition, pp. 6-132, Mac Graw Hill Book Co., New York,
 1963.
- 4. LEE (R.D.), Metrologia, 2, 1966, p. 150.
- 5. DE VOS (J.C.), Physica, 20, 1954, p. 669.
- 6. WEST (C.D.), CLARK JONES (R.), J. Opt. Soc. Am., 41, 1951, p. 976.

Pyrométrie optique à une longueur d'onde effective de 1 µm

Par F. RIGHINI, A. ROSSO et G. RUFFINO
Istituto di Metrologia G. Colonnetti (Italie)

Résumé

Une étude comparative de l'un des auteurs [1] sur les caractéristiques respectives du photomultiplicateur (cathode S-20) et de la photodiode au S1 a conduit à la mise au point d'un pyromètre photoélectrique infrarouge utilisant comme récepteur une photodiode au S1 [2, 3].

L'instrument mesure directement le rapport des densités spectrales du rayonnement du corps noir ; l'une de ses caracté-ristiques marquantes est que la lampe de référence est maintenue à une température basse et constante, ce qui accroît notablement la stabilité à long terme de l'instrument.

Le récepteur du pyromètre reçoit alternativement le rayonnement à l μm de l'échantillon à mesurer et de la lampe de référence : un circuit électronique prélève le signal au niveau correspondant à chaque source, le partage et le transmet à différents terminaux où l'on peut l'utiliser pour des calculs de température. L'instrument était relié à un système d'acquisition de données avec ordinateur et effectuait trois sortes de vérifications.

1. Longueur d'onde effective. Le procédé de mesure automatique [4] permet d'effectuer un grand nombre de mesures à des températures différentes, avec un écart-type de 0,008 nm. De plus,

comme on pouvait le prévoir d'après la théorie, les résultats expérimentaux ont confirmé que les longueurs d'onde effectives dépendent d'autant moins de la température qu'elles sont plus grandes, pour une même largeur de bande relative [5].

- 2. Point de congélation de l'or. Un certain nombre de paliers (18) ont été mesurés avec un écart-type de 0,041 K. Pour un seul palier l'écart-type est de 0,007 K, que l'on peut considérer comme la résolution en température de l'instrument. Ce genre d'essai durait au total 80 heures, pendant lesquelles la lampe de référence, dont le boitier était correctement thermorégulé, ne présentait aucune dérive décelable de température.
- 3. Rapport des flux de rayonnement. En utilisant une méthode de substitution on a établi une équation reliant le rapport des flux de rayonnement au rapport des signaux. L'écart-type propre à la mesure du rapport des flux est 2,6 x 10⁻⁴.
- 4. Polarisation. Le pyromètre polarise le rayonnement dans une proportion de 8 % lorsqu'on envoie sur l'instrument un rayonnement totalement polarisé.

Avec un niveau de confiance de 99,75 %, l'erreur totale de mesure dans les conditions du corps noir est de 0,16 K au point de l'or et 0,34 K à 2 373 K. A l'intérieur de ces limites, l'erreur varie de façon presque linéaire.

Des détails sur les possibilités de cet instrument sont donnés dans [3] .

BIBLIOGRAPHIE

- 1. RUFFINO (G.), Applied Optics, 10, 1971, p. 1241.
- 2. RUFFINO (G.) and ROSSO (A.), <u>High Temperatures</u> <u>High Pressures</u>, 2, 1970, p. 227.
- RUFFINO (G.), RIGHINI (F.) and ROSSO (A.), 5th Symposium on Temperature Measurement, Washington, 1971.
- 4. RIGHINI (F.), La Termotecnica, 25, 1971, p. 610.
- RIGHINI (F.), ROSSO (A.) and RUFFINO (G.), 5th Symposium on Temperature Measurement, Washington, 1971.

Réalisation de l'E.I.P.T.-1968 à environ 104 K

Par H. NUBBEMEYER, D. STUCK et B. WENDE Physikalisch-Technische Bundesanstalt (Allemagne)

Résumé

Les méthodes connues pour la détermination des températures des plasmas par la mesure du rayonnement émis utilisent les variations du rayonnement du spectre continu ou de raies et des largeurs de raies en fonction de la température et de la concentration en particules. L'exactitude de ces méthodes est limitée par les incertitudes des diverses théories du rayonnement et par les incertitudes sur les paramètres atomiques. Pour éviter ces inconvénients dans la réalisation de l'échelle de température par des mesures de rayonnement dans le domaine voisin de $10^4~\rm K$, on produit un rayonnement de corps noir à partir du plasma de façon à étendre la méthode pyrométrique habituelle aux températures des plasmas. A l'heure actuelle les incertitudes des mesures de rayonnement pour ces transitions sont $\Delta L_{\lambda}/L_{\lambda}=0.06$, entraînant sur la température une incertitude $\Delta T/T=0.007$ à $10^4~\rm K$.

Appareil pour la réalisation du point triple de l'oxygène

Par W. THOMAS et W. BLANKE Physikalisch-Technische Bundesanstalt (Allemagne)

Résumé

On décrit un cryostat pour la comparaison des thermomètres à résistance de platine avec un thermomètre à tension de vapeur. L'appareil consiste en un bloc de cuivre avec une cavité centrale (7 cm³) entourée de huit trous pour le thermomètre à résistance de platine. Le bloc est suspendu dans un boîtier en cuivre à l'intérieur duquel on peut faire varier la pression de façon à ajuster le contact thermique entre le bloc de cuivre et le milieu réfrigérant à l'extérieur du boîtier. L'ensemble est placé dans un cryostat rempli d'azote liquide. Le bloc de cuivre est refroidi légèrement au-dessous du point triple de l'oxygène en réduisant la pression au-dessus du bain d'azote jusqu'à la pression de sublimation d'environ 12 mbar. L'examen critique des mesures montre que le point triple de l'oxygène peut être réalisé à ‡ 0,3 mK près, avec une exactitude estimée inférieure à ‡ 1 mK.

Purification de l'oxygène par fusion de zone

Par J. ANCSIN

Conseil National de Recherches (Canada)

Résumé

On a purifié à nouveau par fusion de zone un échantillon d'oxygène commercial, d'une qualité destinée à la recherche, et l'on a déterminé les modifications de sa courbe de fusion. On a ainsi trouvé que le point triple et le domaine de fusion avaient été modifiés à la suite de cette purification.

Pour mettre davantage en lumière le comportement de l'échantillon soumis à une purification par cette méthode, on a aussi dopé l'échantillon d'origine avec diverses quantités d'impuretés et on l'a ensuite purifié à nouveau.

La température de transition de l'oxygène solide

Par W. R. G. KEMP et C. P. PICKUP National Standards Laboratory (Australie)

Résumé

Le point triple de l'oxygène, l'un des points de définition de l'E.I.P.T.-68, a été réalisé avec une reproductibilité meilleure que \pm 0,2 mK en utilisant un cryostat qui garantit que la transition s'opère à partir de l'état cristallin γ . Le cryostat, qui utilise le principe du courant de gaz, est parfait pour étudier les transitions solide-solide et solide-liquide de 10 K au moins jusqu'à 100 K, et on rend compte de nouvelles mesures de la température de transition des phases α - β et β - γ dans l'oxygène solide. On montre qu'il est facile d'obtenir la température de transition β - γ (43,801 8 K), mais qu'elle est quelque peu instable, ce qui entraîne une incertitude globale de \pm 2,4 mK. On a trouvé que la transition α - β s'effectue à 23,880 K; son incertitude globale de \pm 5 mK est due au mauvais transfert thermique entre l'oxygène et le récipient par suite de la très basse tension de vapeur de l'oxygène à cette température.

Point d'ébullition et point triple du 20Ne

Par G. T. FURUKAWA

National Bureau of Standards (États-Unis d'Amérique)

Résumé

Dans l'E.I.P.T.-68, on a attribué la valeur 27,102 K à la température du point d'ébullition du néon de composition isotopique "normale", c'est-à-dire (en pourcentage molaire) 20 Ne : 90,9, ²¹Ne : 0,26 et ²²Ne : 8,8. Avec le néon naturel dans lequel les isotopes ont des tensions de vapeur nettement différentes, les phases liquide et vapeur ne peuvent toutes les deux avoir la composition ci-dessus dans un système en équilibre. Si c'est la phase vapeur qui a la composition donnée, la température d'équilibre est supérieure de 0,4 mK à ce qu'elle serait si c'était la phase liquide. La composition isotopique ci-dessus est fondée sur les travaux de A.O.C. Nier (1950). La détermination la plus récente de la composition isotopique du néon naturel, faite par P. Eberhardt, O. Eugster et K. Martin (1965), donne en pourcentage molaire 20 Ne : 90.50 ± 0.07, 21 Ne : 0.268 ± 0.002 et 22 Ne : 9.23 ± 0.07 ; en bon accord avec ces valeurs. J.R. Walton et A.E. Cameron (1966) donnent 20 Ne : 90.514 $^{\pm}$ 0.31. 21 Ne : 0.266 $^{\pm}$ 0.005 et 22 Ne : 9.220 $^{\pm}$ 0.029. Les points d'ébullition d'échantillons de néon des deux compositions devraient différer d'environ 0.6 mK. On a déterminé la tension de vapeur de l'isotope 20 Ne pur entre le point triple et le point d'ébullition avec un écart-type de ± 2,7 Pa (± 0,02 mmHg) ou ± 0,2 mK au point triple et ± 0,1 mK au point d'ébullition. Pour éviter le problème de la variation de la composition du néon naturel, on recommande de prendre le point d'ébullition de l'isotope ²⁰Ne comme point fixe de définition au lieu du point d'ébullition du néon naturel.

Point triple de l'argon

Par G. T. FURUKAWA, W. R. BIGGE et J. L. RIDDLE

National Bureau of Standards (États-Unis d'Amérique)

Résumé

En utilisant deux cellules à point triple de l'argon permettant les mesures avec des thermomètres à résistance de platine à longue tige, on a trouvé comme température moyenne du point triple de l'argon la valeur 83.799 7 K ; la différence de température entre les deux cellules n'excède pas 0,38 mK. La température du point triple de l'argon est mesurée avec des thermomètres étalonnés dans l'échelle NBS-1955, ramenée à l'E.I.P.T.-68. La température calculée en extrapolant la fonction ΔW(T) mentionnée dans l'E.I.P.T.-68 pour utilisation jusqu'au point d'ébullition de l'oxygène est en moyenne d'environ 0,3 mK inférieure à la valeur ci-dessus ; en conséquence, l'utilisation du point triple de l'argon pour réaliser l'Echelle n'entraînerait pas de modifications significatives. Etant donné la reproductibilité et la facilité de réalisation de ce point triple, on recommande d'envisager soit de substituer ce point au point d' ébullition de l'oxygène, soit de l'utiliser conjointement.

Recherches en thermométrie au Kamerlingh Onnes Laboratorium (Pays-Bas)

Les sujets suivants ont été étudiés au K.O.L. au cours des dernières années (1).

1. Thermomètres magnétiques entre 1,5 K et 30 K (C. van Rijn)

Ces recherches ont conduit à l'établissement d'une échelle de température magnétique entre 4 K et 20 K. Une fois que cette échelle magnétique a été raccordée entre 2 K et 4 K et entre 13,81 K et 20 K à certaines échelles adoptées antérieurement (par exemple \mathbf{T}_{58} et \mathbf{T}_{68}), elle est pratiquement indépendante du choix du sel (pour les deux sels que nous avons utilisés les différences sont inférieures à 0,6 mK). L'échelle magnétique est régulière à quelques dixièmes de millikelvin.

L'échelle magnétique de température est conservée au moyen d'une série de thermomètres à germanium étalonnés ; un nombre limité de thermomètres est disponible pour des comparaisons internationales d'échelles dans d'autres instituts.

⁽¹⁾ Les points 1, 2, 4, 5, 6, 7, 8 ont fait l'objet de communications présentées au "5th Symposium on Temperature Measurement" (Washington, 1971); elles sont résumées dans ce volume: Annexes T 44, T 50, T 37, T 36, T 51.

2. Thermomètres à germanium entre 1,5 K et 30 K (C. van Rijn et J.L. Tiggelman)

On a étudié la reproductibilité des thermomètres à germanium entre 1,5 K et 30 K et la représentation de la relation entre R et T par des polynômes. Il est vraisemblable qu'il suffira d'un petit nombre de points d'étalonnage entre 4 K et 14 K pour avoir un étalonnage complet dans ce domaine, à la condition que les thermomètres soient étalonnés à un certain nombre de températures au-dessous de 4 K et au-dessus de 14 K. Le problème le plus grave est le fait que des changements imprévus surviennent dans l'étalonnage de certains thermomètres au cours des cycles thermiques.

3. Réalisation des points fixes de l'E.I.P.T.-68 au-dessous de 0 °C (J.L. Tiggelman et C. van Rijn)

Voir l'Annexe T 9.

4. Tensions de vapeur du néon liquide et solide (J.L. Tiggelman et C. van Rijn)

On a déterminé dans l'E.I.P.T.-68 les tensions de vapeur du néon liquide entre le point triple (24,562 K) et 30 K, et du néon solide entre 19 K et le point triple. On a également mesuré le point triple. On a utilisé du néon de composition isotopique naturelle.

5. Tension de vapeur de l'oxygène liquide (J.L. Tiggelman)

On a détermine dans l'E.I.P.T.-68 la tension de vapeur de l'oxygène liquide entre 54,361 K et 99 K.

6. Tension de vapeur de e-H2 liquide (C. van Rijn)

On a déterminé la tension de vapeur de e-H₂ liquide entre 13,81 K et 23,5 K dans une échelle de température magnétique.

7. Thermomètres à résistance de platine au-dessous de 13,81 K (J.L. Tiggelman)

On a étalonné dix thermomètres à résistance de platine dans une échelle de température magnétique entre 2 K et 15 K. On en

a tiré des conclusions sur l'exactitude que l'on peut atteindre avec des thermomètres de platine au-dessous de l4 K et sur le nombre de points d'étalonnage entre 4 K et 14 K nécessaires pour obtenir un étalonnage complet dans ce domaine de température.

8. Thermomètres à résistance de platine entre 13,81 K et 373,15 K (Reproductibilité de 1 E.I.P.T.-68)
(J.L. Tiggelman)

On a comparé dix thermomètres à résistance de platine entre 13,81 K et 373,15 K. Deux d'entre eux avaient été étalonnés auparavant dans l'E.I.P.T.-68. Nous n'avons des résultats préliminaires que pour six thermomètres pour lesquels la dispersion en T₆₈ est de 3,2 mK pour l'intervalle 13,81 K à 17,042 K, 1,2 mK pour l'intervalle 17,042 K à 20,28 K, 2,0 mK pour l'intervalle 20,28 K à 27,102 K et 3,1 mK pour l'intervalle 27,102 K à 54,361 K.

9. Mesures des isothermes de 4He à 4,2 K (H. ter Harmsel)

On espère obtenir d'ici un an ou deux les résultats de cette expérience.

Tensions de vapeur de l'oxygène et de l'azote liquides

Par J. L. TIGGELMAN, R. MUIJLWIJK, M. R. M. MOUSSA et M. DURIEUX

Kamerlingh Onnes Laboratorium (Pays-Bas)

Résumé

On rend compte des travaux antérieurs du K.O.L. sur les tensions de vapeur de l'oxygène et de l'azote liquides, dont les résultats ont été utilisés pour déduire les relations température-tension de vapeur pour l'oxygène et l'azote liquides données dans la liste des points fixes secondaires de l'E.I.P.T.-68.

De plus, on décrit les nouvelles expériences sur la relation température-tension de vapeur de l'oxygène liquide entre 54,361 K et 99 K. On a déterminé les températures dans l'E.I.P.T.-68.

On a apporté une attention toute particulière à l'étude de la reproductibilité avec laquelle on peut réaliser le point triple et le point d'ébullition de l'oxygène. Cette reproductibilité est de ± 0,1 mK pour le point triple et de ± 0,15 mK pour le point d'ébullition.

Tensions de vapeur du néon liquide et solide entre 19 et 30 K

Par J. L. TIGGELMAN, C. VAN RIJN et M. DURIEUX Kamerlingh Onnes Laboratorium (Pays-Bas)

Résumé

On a déterminé dans l'E.I.P.T.-68 les relations température-tension de vapeur du néon liquide de composition isotopique normale entre 24,56 K et 30 K et du néon solide entre 19 K et 24.56 K.

On a trouvé une différence de pente de 0,11 % avec la relation p-T donnée dans le texte de l'E.I.P.T.-68 au voisinage du point d'ébullition du néon.

On a trouvé pour la température du point triple 24,561 9 K ± 0,000 4 K et pour la pression 43 375 Pa ± 5 Pa (325,34 mmHg à 0 °C et accélération normale due à la pesanteur). On a réalisé le point triple avec une reproductibilité de ± 0,1 mK. La température du point triple demeure constante pendant la transition si l'apport de chaleur dans l'échantillon est maintenu extrêmement faible.

On a réalisé le point d'ébullition avec une reproductibilité de $\frac{t}{2}$ 0,2 mK.

Recherches sur les matériaux de thermocouples pour basses températures

Par L. A. MEDVEDEVA, M. P. ORLOVA, I. L. ROGELBERG, V. M. BEILIN et N. D. LOUTZAU Institut des Mesures Physicotechniques et Radiotechniques (U.R.S.S.)

Résumé

On a étudié les propriétés du thermocouple cuivre/cuivre-fer, pour des teneurs en fer allant de 0,10 à 0,25 atomes pour cent, dans le domaine de 2 à 273 K. On donne quelques détails sur la fabrication ainsi que sur les conditions de mesure de la force électromotrice en fonction de la température. La sensibilité d'un thermocouple cuivre/cuivre-fer à 10 atomes pour cent (1) est d'environ 17 μ V/K à 30 K et 7 μ V/K à la température ambiante.

De tels thermocouples peuvent ainsi être utilisés depuis la température de l'hélium liquide jusqu'à la température ambiante.

⁽¹⁾ Note du B.I.P.M. - Cette valeur figure dans le texte original ; nous pensons qu'il faut lire 0,10 atomes pour cent.

Utilisation de valeurs précises de capacité thermique à l'analyse des intervalles de température de l'E.I.P.T.-68 dans la région de 90 K

> Par G. T. FURUKAWA et M. L. REILLY National Bureau of Standards (États-Unis d'Amérique)

Résumé

On a utilisé des résultats de mesures précises de capacité thermique pour analyser les intervalles de température ou la "régularité" de l'E.I.P.T.-1968 dans la région de 90 K telle qu'elle est conservée au N.B.S. Les résultats montrent qu'il n'y a aucune irrégularité "locale" dans l'échelle de température dans la limite de la précision (± 0,02 %) des mesures de capacité thermique entre 40 K et 380 K. De 40 K à 15 K l'uniformité de l'échelle de température est moins certaine à cause de la moindre précision des mesures de capacité thermique dans ce domaine de température.

Proposition pour la définition d'une échelle pratique de température dans le domaine de 4 à 20 K

Par C. R. BARBER

National Physical Laboratory (Royaume-Uni)

Résumé

On étudie la reproductibilité d'une échelle pratique de température entre 4 K et 20 K définie d'après un thermomètre à 4 He à volume constant étalonné aux points d'ébullition de 4 He ($T_{58} = 4.215$ K) et de e-H₂ ($T_{68} = 20.28$ K). Il s'avère que la méthode est très simple dans son principe car l'interpolation est presque linéaire. On discute les conditions pratiques de mise en oeuvre d'une telle échelle et on montre qu'on peut envisager une reproductibilité de l'échelle meilleure que 5×10^{-4} K, à condition de se conformer à certaines caractéristiques du thermomètre à gaz. On passe en revue les conditions dans lesquelles on pourrait insérer une échelle ainsi définie entre l'échelle à tension de vapeur de 4 He et l'E.I.P.T.-68.

Thermométrie à gaz à basse température au N.P.L.

Par K. H. BERRY

National Physical Laboratory (Royaume-Uni)

Résumé

Dans le domaine 2 K-20 K on a mesuré les températures avec un thermomètre à hélium à volume constant constitué d'un réservoir à gaz de l 074 cm 3 et d'un tube manométrique de l mm de diamètre intérieur. On a utilisé une sensibilité faible (0,81 kN m $^{-2}$ K $^{-1}$) pour minimiser l'erreur due à l'incertitude dans le second coefficient du viriel. On a utilisé une balance de pression pour faciliter la mesure de ces basses pressions.

On compare les mesures préliminaires de température avec l'E.I.P.T.-68 et l'échelle à tension de vapeur ⁴He 1958.

Mesures au thermomètre à gaz au-dessous du domaine de l'E.I.P.T.

Par K. MITSUI, H. SAKURAI et T. MOCHIZUKI National Research Laboratory of Metrology (Japon)

Résumé

Afin de réaliser les températures étalons dans le domaine au-dessous de l'E.I.P.T. on a construit un thermomètre à gaz de précision au N.R.L.M. (Tokyo). On décrit l'appareillage, qui comprend notamment un manomètre interférentiel à mercure dont la résolution est 0,3 µmHg, ce qui correspond au comptage d'une frange avec un interféromètre à laser. Les mesures au thermomètre à gaz et l'étalonnage de thermomètres à résistance de germanium d'après l'échelle du thermomètre à gaz sont en cours en prenant comme température de référence le point d'ébullition de l'hydrogène en équilibre.

Thermomètre acoustique à basse fréquence pour le domaine de 2 à 20 K

Par A. R. COLCLOUGH

National Physical Laboratory (Royaume-Uni)

Résumé

On donne la description d'un thermomètre acoustique à basse fréquence pour le domaine de l'hélium liquide, qui comporte plusieurs caractéristiques nouvelles conçues pour éliminer les difficultés que l'on rencontre couramment avec cette technique. Les erreurs dues à la couche limite, qui sont particulièrement gênantes aux basses fréquences, ont été corrigées de façon expérimentale plutôt qu'en appliquant les corrections de Kirchhoff, Helmholtz et al. qui semblent peu satisfaisantes. On a accru la sensibilité grâce à une méthode de détection des résonances qui est indépendante de l'impédance purement électrique du transducteur utilisé pour exciter la cavité de l'interféromètre. On mesure les trajets acoustiques à l'aide d'un interféromètre optique fonctionnant dans des conditions isothermes à l'intérieur du cryostat.

On a fait le tracé des isothermes acoustiques aux points d'ébullition de l'hélium 4 et de l'hydrogène en équilibre pour obtenir les températures thermodynamiques qui sont en bon accord avec les travaux en haute fréquence de H. Plumb et G. Cataland.

Une échelle de température magnétique entre 1,5 et 30 K

Par C. VAN RIJN et M. DURIEUX Kamerlingh Onnes Laboratorium (Pays-Bas)

Résumé

Pour le domaine de 1,5 K à 30 K on a établi une échelle de température avec un thermomètre magnétique. Cette échelle, qui est conservée par un groupe de thermomètres à résistance de germanium étalonnés, est spécialement destinée à être utilisée comme échelle précise de température entre 4 K et 14 K.

On a fait des mesures magnétiques avec du sulfate de gadolinium et avec du sulfate d'ammonium-manganèse. La relation entre la susceptibilité χ et la température pour ces sels, que l'on a utilisée pour calculer la température magnétique T_m , prend la forme $\chi = C/T_m + \Delta + \gamma/T_m$. On a déterminé les constantes dans cette équation par étalonnages d'après les tensions de vapeur de l'hélium et de l'hydrogène et d'après l'E.I.P.T.-68.

On a comparé l'échelle de température magnétique avec l'Échelle ⁴He 1958, l'E.I.P.T.-68 et l'Échelle provisoire de température 2-20 (1965) du N.B.S. Cette dernière comparaison fait partie d'une comparaison internationale d'échelles de température pour le domaine compris entre 4 K et 14 K.

Échelle de température magnétique de 0,9 à 18 K

Par T. C. CETAS et C. A. SWENSON Iowa State University (États-Unis d'Amérique)

Résumé

On a utilisé deux sels paramagnétiques, l'alun de méthylammonium et de chrome et le sulfate double d'ammonium et de manganèse, pour déterminer une échelle de température magnétique entre 0,9 et 18 K fondée sur des thermomètres à résistance étalonnés par le N.B.S. entre 18 et 34 K. On a utilisé de façon complémentaire les résultats des mesures avec ces deux sels très différents afin d'établir dans ce domaine de température une échelle unique T_{χ} qui est conservée au moyen de thermomètres à résistance de germanium. On compare cette échelle aux échelles de tension de vapeur de l'hélium liquide et à l'échelle acoustique du N.B.S. Aux températures élevées, l'échelle NBS-55 est en accord avec les valeurs déduites des susceptibilités à ± 1 mK entre 18 et 34 K, mais il existe des écarts aux basses températures. Ces valeurs sont également en accord avec l'E.I.P.T.-68 entre 15 et 27 K, mais présentent des écarts aux températures supérieures ($T_{68} - T_{x68} = 8$ mK à 34 K). La précision de l'échelle est environ 0,01 % avec une incertitude maximale de 1 mK et une incertitude minimale de 0,3 mK. L'exactitude de cette échelle de température est incertaine de quantités notablement plus grandes que celles-ci, car on doit faire un choix entre l'échelle NBS-55 et l'E.I.P.T.-68 comme échelle de référence. Si l'on choisit l'E.I.P.T.-68 de préférence à l'échelle

NBS-55, le point d'ébullition de l'hélium, par exemple, augmente de 3,3 mK (de $T_{\rm X}-T_{58}=6.7$ mK à $T_{\rm X68}-T_{58}=10$ mK). On a utilisé ces résultats pour établir jusqu'à 34 K, à l'aide des mesures de susceptibilité, une échelle acoustique plus régulière qui tient compte de données du N.B.S. non publiées. Cette échelle absolue donne pour le point d'ébullition de l'hydrogène une valeur qui est inférieure de 1 mK à la valeur admise dans l'E.I.P.T.-68.

Reproductibilité du point triple de l'hydrogène en équilibre

Par M. TAKAHASHI et T. MOCHIZUKI National Research Laboratory of Metrology (Japon)

Résumé

On réalise séparément le point de fusion et le point de congélation et on les observe avec un thermomètre à résistance de platine pour une mise en oeuvre précise de l'E.I.P.T.-68. On a observé une courbe de congélation bizarre, qui semble due à la difficulté d'obtenir une cessation spontanée de la surfusion. La valeur du point de fusion est très reproductible, mais le point de congélation est plutôt moins reproductible et donne généralement une valeur inférieure à celle de la fusion. Une étude approfondie explique la valeur plus basse du point de congélation et fournit un procédé de compensation thermique qui conduit à des points de fusion et de congélation concordants. Finalement les valeurs observées de la résistance au point triple restent dans les limites de précision des mesures de résistance, qui correspondent à environ ± 0,3 mK à 13,81 K.

Réalisation des points fixes aux basses températures

Par J. C. COMPTON

National Physical Laboratory (Royaume-Uni)

Résumé

On a récemment réalisé au N.P.L. le point triple et les deux points d'ébullition de l'hydrogène en équilibre, et le point d'ébullition du néon. Lorsqu'on aura terminé les travaux en cours sur les points triple et d'ébullition de l'oxygène, tous les points fixes nécessaires seront disponibles pour la mise en oeuvre de l'E.I.P.T.-68 au-dessous de 90,188 K.

On réalise les points de l'hydrogène et du néon dans des cryostats séparés, refroidis à l'hélium et comportant des réservoirs à tension de vapeur protégés par des écrans. Le cryostat utilisé pour l'hydrogène peut être transformé en calorimètre adiabatique pour l'observation du point triple.

On a fait particulièrement attention aux effets de la composition isotopique qui peuvent entraîner des ambiguītés dans la spécification des points atteignant jusqu'à 0,4 mK. On utilise un spectromètre de masse pour contrôler à la fois la composition isotopique et chimique de la vapeur. En modifiant fortement les conditions expérimentales, on a fait des estimations des erreurs systématiques. On a obtenu les températures des quatre points en question dans l'échelle NBS-55 en utilisant

un thermomètre à résistance de platine étalonné au N.B.S. Les valeurs sont :

Point triple de e-H ₂	13,808 ₇ ± 0,000 25 K
Details all (bull labels and addition do a H	(17,035 ₄ + 0,000 38
Points d'ébullition spécifiés de e-H ₂	20,2693 ± 0,000 38
Point d'ébullition du Ne	

Comparaison de quelques échelles de température au-dessous de 30 K à l'aide de thermomètres à résistance de germanium

Par W. R. G. KEMP, J. G. COLLINS, C. P. PICKUP et R. MUIJLWIJK

National Standards Laboratory (Australie)

Résumé

On a comparé au N.S.L., dans deux cryostats différents, des groupes de thermomètres à résistance de germanium étalonnés au National Bureau of Standards (États-Unis), à l'Institut des Mesures Physicotechniques et Radiotechniques (U.R.S.S.), à l'Iowa State University (États-Unis) et au National Standards Laboratory (Australie). Ce travail fait partie d'une comparaison internationale au-dessous de 30 K des échelles de température suivantes : NBS-55, E.I.P.T.-68, He 58, NBS P-2-20 (thermomètre acoustique), IMPR CVGT (thermomètre à gaz à volume constant), NSL CVGT (thermomètre à gaz à volume constant) et ISU TM (thermomètre magnétique).

La dispersion générale des différences entre les échelles est de 30 mK. On donne les raisons de cette dispersion et on montre que, si l'on utilisait les mêmes températures de référence lorsqu'on étalonne des thermomètres à germanium, cette dispersion pourrait être réduite à 12 mK. Les différences seraient probablement inférieures à quelques millikelvins, comparables aux erreurs aléatoires combinées de chaque échelle, si l'on avait pris comme points primaires d'étalonnage une même série de températures, ce qui permettrait de comparer les échelles directement plutôt que par l'intermédiaire de tables d'interpolation. La comparaison internationale a également confirmé l'erreur de 8 mK

dans l'Echelle ⁴He 1958 au point de l'hélium.

L'influence prépondérante de ces différences systématiques entre les échelles met en lumière le besoin d'un accord sur une série de températures d'étalonnage et sur le mode d'interpolation pour les thermomètres à germanium dans ce domaine. On donne quelques idées directrices pour un tel accord.

Représentation de la caractéristique résistance-température des thermomètres à résistance de germanium au-dessous de 30 K

Par J. G. COLLINS et W. R. G. KEMP National Standards Laboratory (Australie)

Résumé

On établit un critère pour déterminer le degré maximal du polynôme à utiliser pour interpoler les valeurs de la résistance en fonction de la température pour les thermomètres à germanium. On donne des exemples des dangers inhérents aux méthodes actuelles d'interpolation utilisant des polynômes; les températures calculées peuvent différer jusqu'à 5 mK selon le type d'analyse employé. On suggère une technique pour détecter les erreurs systématiques dans les données d'étalonnage au-dessous de 10 K avant analyse complète.

Thermomètres à résistance de germanium entre 1,5 et 30 K

Par C. van RIJN, M^{me} M. C. NIEUWENHUYS-SMIT, J. E. van DIJK, J. L. TIGGELMAN et M. DURIEUX

Kamerlingh Onnes Laboratorium (Pays-Bas)

Résumé

On décrit un appareil qui permet d'étalonner les thermomètres à résistance de germanium en fonction des tensions de vapeur de ⁴He et de l'hydrogène en équilibre.

Bien que les étalonnages de beaucoup de thermomètres à germanium demeurent constants à $\frac{1}{2}$ 0,5 mK près à 20 K au cours de cycles thermiques, on a constaté des changements de 3 mK à 5 mK et dans certains cas même de 30 mK à 20 K.

L'étalonnage des thermomètres à germanium entre 1,5 K et 5 K peut être représenté par un polynôme log R = $\Sigma_{n=0}^4 a_n (\log T)^n$ à $\frac{1}{2}$ 0,4 mK près environ, l'étalonnage entre 13,81 K et 23 K par un polynôme du troisième degré à $\frac{1}{2}$ 0,5 mK près environ et l'étalonnage entre 1,5 et 30 K par un polynôme du 12 degré à 0,2 mK près.

On montre que si dans le domaine intermédiaire, entre 4,2 K et 13,81 K, on prend seulement trois températures de référence, on peut obtenir l'étalonnage d'un thermomètre à germanium avec une exactitude de 0,5 mK.

Thermomètres à résistance de platine au-dessous de 13,81 K

Par J. L. TIGGELMAN et M. DURIEUX Kamerlingh Onnes Laboratorium (Pays-Bas)

Résumé

On a étalonné dix thermomètres à résistance de platine entre 2 K et 15 K d'après une échelle de température magnétique.

Dans les limites d'exactitude de l'expérience (2 mK à 4 K, 1 mK à 6 K, 0,5 mK à 8 K et 0,3 mK au-dessus de 11 K), les résultats sont bien représentés par des polynômes de la forme $\text{W(T)} = \sum_{n=0}^{6} \text{A}_n \text{T}^n \ \left[\text{W(T)} = \text{R(T)/R(O °C)} \right] \text{.}$

On démontre que l'on peut obtenir l'étalonnage d'un thermomètre à résistance de platine entre 4 K et 14 K avec une exactitude de 3 mK en ne prenant qu'un point de référence dans ce domaine et quelques points aux températures de l'hélium liquide et de l'hydrogène liquide.

Un thermomètre à résistance rhodium-fer pour emploi au-dessous de 20 K

Par R. L. RUSBY

National Physical Laboratory (Royaume-Uni)

Résumé

Pour faire un thermomètre à résistance ayant un coefficient de température positif, on a utilisé la forte dépendance anormale entre la température et la résistivité d'un alliage de rhodium et de fer (0,5 atomes pour cent). Le thermomètre du type capsule permet d'atteindre une précision élevée dans le domaine de 0,5 K à 20 K. La reproductibilité est aussi bonne que celle d'autres thermomètres à résistance. La résolution en température n'est pas aussi bonne que celle du thermomètre à germanium, mais l'interpolation entre les points d'étalonnage est plus facile.

Il reste à examiner la possibilité de rendre suffisamment reproductibles des lots de fil rhodium-fer pour obtenir une fonction d'interpolation étalon. La concentration en fer de 0,5 % peut être contrôlée à \pm 0,01 %. La contribution du fer à la résistivité est proportionnelle à la concentration dans le domaine des faibles concentrations, de telle sorte que l'effet d'une telle variation de concentration sur la résistivité serait d'environ 1 %. L'effet sur le rapport $R_{\mbox{\scriptsize T}}/R_{\mbox{\scriptsize 4,2}}$ serait notablement plus petit. Des différences de recuit pourraient entraîner des changements plus grands dans la résistance et il serait nécessaire de stipuler une limite supérieure pour le rapport $R_{\mbox{\scriptsize 4,2}}/R_{\mbox{\scriptsize 273,16}}$ (environ 0,08).

En se servant des trois points fixes de l'hydrogène et de quelques points de tension de vapeur de ¹He, il est possible d'interpoler les différences entre le rapport donné par la fonction de référence et le rapport donné par un thermomètre avec une exactitude suffisante entre 5,2 K et 13,81 K pour établir une échelle d'interpolation utilisable dans cette région.

Comparaisons isothermiques des tensions de vapeur de ³He et ⁴He

Par R. GONANO

National Bureau of Standards (États-Unis d'Amérique)

Résumé

On est en train de faire des mesures isothermiques des tensions de vapeur de ³He et ⁴He afin de comparer dans la région de 0,9 à 3,2 K les échelles de tension de vapeur proposées. Les résultats préliminaires dans le domaine de 1,9 à 3,0 K montrent que les échelles couramment acceptées (T60 et T_{58}) sont en accord étroit entre elles comme cela avait été recherché lorsqu'on a établi T62. Les différences observées sont inférieures à 0,4 mK (écart quadratique moyen : 0,19 mK), ce qui est dans les limites de l'incertitude expérimentale dans la comparaison. On n'a décelé aucune allure systématique dans les écarts. Des thermomètres à résistance de germanium étalonnés dans l'Échelle provisoire NBS 2-20 (1965) ont été comparés aux échelles de tension de vapeur ; la comparaison montre que $T_{2-20} - T_{tv}$ s'échelonne entre 6 mK à 2,3 K et 10 mK à 4,2 K, en accord avec les valeurs publiées par ailleurs. Nous présentons également les techniques employées pour réduire ou éliminer les effets des gradients de pression aérostatique et thermomoléculaire, et de la charge thermique due à l'écoulement du film superfluide.

Emploi des supraconducteurs pour les points fixes d'une échelle de température cryogénique

Par J. F. SCHOOLEY et R. J. SOULEN National Bureau of Standards (États-Unis d'Amérique)

Résumé

On suggère que l'échelle de température au-dessous de 10 K soit fondée sur les valeurs de températures de transition supraconductives reproductibles. Les transitions supraconductives du plomb, de l'indium, de l'aluminium, du zinc et du cadmium se produisent dans un domaine de température qui n'exède pas 1 mK et sont reproductibles à mieux que 1 mK. On envisage que des dispositifs comprenant ces éléments puissent être fournis par le N.B.S. Office of Standard Reference Materials.

Commentaires du N.S.L. (Australie) pour la 9^e session du C.C.T.

Commentaires rassemblés par W. R. G. KEMP

I. POINT TRIPLE DE L'OXYGENE

Nous avons trouvé que l'on peut réaliser ce point plus facilement et améliorer sa reproductibilité, si la fusion s'opère à partir de l'état cristallin γ . Cela est obtenu en portant l'oxygène solide à la température de transition β - γ et en maintenant cette température pendant un temps suffisant pour faire passer le solide dans la phase β . Ensuite, un chauffage transforme l'échantillon solide de la phase β à la phase γ (1).

II. EXTENSION DE L'E.I.P.T.-68 VERS LE BAS

Avant de prendre toute décision définitive sur l'extension vers le bas de l'E.I.P.T.-68, il convient d'étudier la situation de l'Échelle actuelle au-dessous de 20 K. Nos mesures avec les thermomètres à germanium conventionnels et d'autres thermomètres étalonnés d'après diverses échelles ont montré que la température du point triple de l'hydrogène est plus proche de 13,82 K

⁽¹⁾ KEMP (W.G.R.) and PICKUP (C.P.), The transition temperature of solid oxygen. In "Temperature, its measurement and control ..." Vol. 4 (à paraître). Résumé en français à l'Annexe T 32.

que de 13,81 $K^{(2)}$. Le point actuel 17,042 K est peut-être trop bas de 2 ou 3 mK et il convient d'en poursuivre l'étude.

L'actuelle comparaison de thermomètres à germanium ne constitue pas une base suffisante pour préparer des recommandations en vue d'une extension de l'E.I.P.T.-68, mais elle démontre l'aide que peuvent apporter les thermomètres à germanium. Les suggestions faites dans la référence (2) sont résumées dans le paragraphe IV.

Thermomètres magnétiques.- Les échelles de température au-dessous de 20 K qui dépendent de la connaissance des coefficients du viriel et d'autres paramètres dépendant de la température ont une exactitude qui, au mieux, peut être de l'ordre de ± 3 mK. On suggère que les laboratoires nationaux consacrent une partie de leurs recherches à établir des échelles fondées sur des mesures de susceptibilité magnétique au-dessous de 30 K, puisque ces échelles semblent devoir être plus continues, plus sensibles et ne sont pas limitées par les propriétés d'une seule substance.

III. CONSTANTE DE STEFAN-BOLTZMANN ET POINT DE CONGÉLATION DE L'OR

On a évalué au N.S.L. $^{(3)}$ la constante de Stefan-Boltzmann (σ) en utilisant un radiomètre absolu du type à "substitution électrique" pour mesurer la luminance énergétique d'une cavité rayonnante au point de congélation de l'or (T_{Au}). La valeur obtenue, fondée sur T_{Au} = 1 337,58 $^{+}_{-}$ 0,20 K (E.I.P.T.-68), est σ = (5,664 4 $^{+}_{-}$ 0,007 5) x 10 $^{-8}$ W m $^{-2}$ K $^{-4}$. Contrairement à la plupart des valeurs expérimentales antérieures, ce résultat n'est pas incompatible avec la valeur théorique 5,669 6 $^{+}_{-}$ 0,002 5 calculée à partir des meilleures valeurs actuelles de c, h et k. On peut aussi considérer l'expérience comme une détermination radiométrique du point de l'or fondée sur la valeur théorique de σ , le résultant étant alors T_{Au} = 1 337,27 $^{+}_{-}$ 0,40 K. Cette valeur est de 0,31 K inférieure à la valeur dans l'E.I.P.T.-68, obtenue au thermomètre à gaz.

Les estimations d'incertitude données ci-dessus sont fondées, dans la mesure du possible, sur un niveau de confiance de 99 %.

⁽²⁾ KEMP (W.R.G.) et al., A comparison of some temperature scales by germanium thermometry. In "Temperature, its measurement and control ...", Vol. 4 (à paraître).

⁽³⁾ BLEVIN (W.R.) et BROWN (W.J.), Metrologia, 7, 1971, p. 15

IV. COMPARAISON INTERNATIONALE DE THERMOMÈTRES A GERMANIUM

La contribution du N.S.L. à cet égard sera présentée au "5th Symposium on Temperature Measurement" (Washington, juin 1971); nous en avons déjà fait mention au paragraphe II. Les constatations suivantes doivent être lues en relation avec ce paragraphe.

- a) La dispersion globale des échelles est de 30 mK.
- b) Si les échelles sont "normalisées" pour concorder à 4,2 K et
- 19 K, la dispersion est réduite à 13 mK.
- c) Si les comparaisons avaient été faites aux points primaires d'étalonnage sans faire intervenir de méthodes d'interpolation, la dispersion aurait pu être réduite au même ordre de grandeur que les incertitudes combinées des échelles et des procédés de comparaison.
- d) Les résultats tendent à confirmer qu'il y a une erreur d'environ 8 mK pour le point d'ébullition de ⁴He dans l'échelle ⁴He 58.
- e) Dans l'E.I.P.T.-68, la température du point triple de l'hydrogène en équilibre est trop basse de 10 mK ± 3 mK.

Nous recommandons qu'une nouvelle comparaison internationale soit effectuée, mais que l'on tienne compte des suggestions suivantes :

- 1. Les thermomètres choisis pour la comparaison devraient être sélectionnés pour leur stabilité au point de l'hélium (\approx 4,2 K) ainsi qu'à une autre température de référence située au-dessus de 20 K. En revanche, si l'on ne dispose pas de thermomètres complètement stables, il faudrait adopter une technique pour tenir compte des effets de l'instabilité (4).
- 2. Les renseignements qui accompagnent chaque thermomètre devraient comprendre la relation R-T pour autant de points de référence que possible, par exemple le point d'ébullition de l'hélium, les différents points de l'hydrogène en équilibre et le point d'ébullition du néon.
- 3. Les comparaisons devraient être faites aux points d'étalonnage originaux et non au moyen de tables d'interpolation.
- 4. Les intensités de courant utilisées avec chaque thermomètre devraient être spécifiées et, lorsqu'on détermine ces intensités, il conviendrait de choisir comme plus haute valeur possible celle qui n'entraîne pas un échauffement supérieur à 0,1 mK.

⁽⁴⁾ Voir Metrologia, 5, 1969, p. 111.

5. Les résultats de la comparaison devraient être "normalisés" aux points d'ébullition de l'hélium et de l'hydrogène en équilibre.

Plutôt que d'envoyer une série de thermomètres à un certain nombre de laboratoires l'un après l'autre, on suggère :
- soit que chaque laboratoire participant envoie des thermomètres à un ou deux centres pour comparaison ; il serait préférable d'envoyer trois thermomètres pour déceler toute modification dans l'étalonnage de l'un ou l'autre des thermomètres ;
- soit que les laboratoires organisent des comparaisons directes entre eux.

Si l'on considère que le nombre de thermomètres est trop important, des renseignements suffisants devront accompagner chacun d'eux (voir plus haut) afin de pouvoir contrôler ou tenir compte de leur stabilité.

Le N.S.L. offre ses services pour effectuer des comparaisons internationales. Nous sommes en mesure de les faire à ± 0,1 mK près à partir de 1,2 K et jusqu'au-dessus de 30 K.

V. ÉTUDES POUR L'AMÉLIORATION DE L'E.I.P.T.

Les points suivants du programme du N.S.L. relatif aux mesures de température pourraient influer sur une nouvelle E.I.P.T. 1. Un thermomètre à susceptibilité magnétique est en cours de construction

- a) afin de fournir un thermomètre plus sensible et linéaire pour utilisation entre 1 et $30~{\rm K}$;
- b) pour étendre l'utilisation de cette technique aux températures plus élevées et en particulier pour étudier la régularité de l'E.I.P.T.-68 actuelle jusqu'à 90 K.
- 2. Le thermomètre à gaz utilisé pour établir l'échelle NSL CVGT (thermomètre à gaz à volume constant) au-dessous de 27 K a été. modifié pour permettre un meilleur contrôle de la température et des périodes de fonctionnement plus longues. Au cours des six prochains mois, on utilisera ce thermomètre pour obtenir une meilleure base statistique pour l'échelle NSL CVGT actuelle et étendre les mesures jusqu'à 90 K.

Les projets suivants seront poursuivis.

- 3. Réalisation des points fixes de définition de l'E.I.P.T.-68 au-dessous de 27 K en même temps que l'étude de la reproductibilité des transformations solide-liquide et solide-solide au-dessous de 273,15 K.
- 4. Facteurs affectant la reproductibilité du point triple de l'eau dans le domaine de précision de 10 μK .

- 5. Processus de congélation dans les métaux très purs.
- 6. Facteurs affectant la reproductibilité des thermomètres à résistance de platine au-dessus de 600 °C.
- 7. Point de fusion de l'antimoine, de l'aluminium et d'eutectiques métalliques binaires.
- 8. Stabilité des sources pour la pyrométrie optique au-dessus de 1 600 °C.
- 9. Points de fusion du palladium et du platine.

VI. POINT DE CONGÉLATION DU PLATINE ET POINTS DE RÉFÉRENCE SECONDAIRES

Le N.S.L. considère que ces deux questions intéressent les chercheurs dans les domaines de la photométrie et de la radiométrie.

1. Point de congélation du platine. De nombreux laboratoires nationaux d'étalonnage, y compris le N.S.L., essaient de relier l'unité d'intensité lumineuse (candela) directement à l'unité de flux énergétique (watt). Comme la candela est définie à partir d'un corps noir au point de congélation du platine $(T_{\rm pt})$, une connaissance exacte de la valeur de $T_{\rm pt}$ est nécessaire. L'incertitude existant sur $T_{\rm pt}$ est le principal obstacle pour parvenir à relier la candela au watt.

Je suggère fortement que le Comité Consultatif de Thermométrie encourage de nouvelles déterminations précises de $T_{\mbox{\scriptsize Pt}}$, en particulier parce que la valeur couramment admise semble fondée sur des travaux très anciens. Entre-temps, ce serait déjà une grande aide pour ceux qui s'occupent de photométrie si le C.C.T. pouvait obtenir une meilleure estimation de l'incertitude dans la valeur couramment admise de $T_{\mbox{\scriptsize Pt}}$.

Le N.S.L. a l'intention de mesurer $T_{\rm Pt}$; à titre préliminaire il entreprend en ce moment des mesures sur le palladium. On a noté que le N.P.L. a présenté une communication sur $T_{\rm Pt}$ au 5th Symposium on Temperature Measurement.

2. Points de référence secondaires : incertitudes des valeurs données. - Dans le texte de l'E.I.P.T.-68 le tableau VI donne la liste des points de référence secondaires. Les valeurs citées ont été probablement obtenues par des mesures avec les instruments étalons de l'E.I.P.T.-68 ou à partir de mesures antérieures. Dans tous les cas il doit y avoir un degré d'incertitude lié à ces mesures, mais il est impossible pour les chercheurs qui veulent utiliser ces valeurs d'obtenir ce renseignement. On en a pourtant besoin sous deux formes, l'une dans l'E.I.P.T.-68 et

l'autre dans l'échelle thermodynamique. Un niveau de confiance devrait être donné pour chaque valeur indiquée.

Ce problème a été porté à l'attention du N.S.L., en particulier en ce qui concerne les points de référence situés audessus du point de l'or. Bien que l'on puisse calculer une "incertitude minimale" à partir de l'incertitude qui est donnée pour le point de l'or lui-même, l'incertitude globale liée à beaucoup de points de référence du tableau VI sera plusieurs fois supérieure à cette "incertitude minimale".

On a bien conscience qu'il s'agit d'une question très difficile, mais le C.C.T. devrait être en mesure de donner là-dessus des conseils aux utilisateurs de l'E.I.P.T.-68.

Définition de « point d'ébullition » dans l'E.I.P.T.-1968

Par J. P. COMPTON

National Physical Laboratory (Royaume-Uni)

L'hydrogène, le néon et l'oxygène naturels fournissent à eux trois les six points fixes qui définissent l'E.I.P.T.-68 au-dessous de 273,15 K. Ces trois éléments se présentent chacun sous forme d'un mélange d'isotopes ; c'est un fait qui est reconnu dans le texte même de l'E.I.P.T.-68 mais dont la conséquence sur le terme "point d'ébullition" n'est pas envisagée. A cause des différences dans les tensions de vapeur des différents isotopes à une température donnée, les phases liquide et vapeur en équilibre l'une par rapport à l'autre diffèrent dans leur composition dans une mesure qui dépend du rapport entre les quantités de liquide et de vapeur et sous réserve de la condition que la composition de l'ensemble demeure constante. Ce fait conduit à une influence du rapport liquide/ vapeur sur les températures d'équilibre de ces mélanges à n'importe quelle tension de vapeur totale donnée. Dans cette mesure le terme "point d'ébullition" peut être considéré comme ambigu. Par exemple, les températures d'équilibre du néon et de l'hydrogène sous l atmosphère diffèrent toutes deux d'environ 0,4 mK entre les cas extrêmes de 100 % de liquide et de 100 % de vapeur (pour lequel la température d'équilibre est la plus élevée). On trouve un changement comparable pour le point de l'hydrogène à 33 kPa (250 mmHg).

Cette différence n'est pas grande ; elle est toutefois supérieure au moins à la reproductibilité des réalisations

individuelles des points fixes et elle constitue une imprécision inutile dans la définition de l'échelle. Le terme "point de rosée" existe déjà pour indiquer la température d'équilibre quand la quantité de liquide est infiniment petite. Par analogie on pourrait par conséquent interpréter "point d'ébullition" comme signifiant la température d'équilibre lorsque la phase vapeur est sur le point de disparaître. Dans la suite de cette note nous donnons ce sens précis à "point d'ébullition".

Il y a deux façons d'améliorer la définition des points fixes. L'une est de spécifier l'emploi d'isotopes purs, l'autre de préciser soit le point de rosée soit le point d'ébullition (ou éventuellement un rapport intermédiaire défini). Compte tenu de l'incertitude de température relativement petite qui en résulte, il ne semble pas nécessaire d'exiger la dépense supplémentaire que représente la fourniture d'isotopes séparés pour réaliser les points fixes. Il conviendrait donc de porter son choix sur un rapport spécifié liquide/vapeur et le but de cette note est de préconiser le maintien de l'expression "point d'ébullition" dans le texte de l'E.I.P.T.-68, avec l'insertion d'un paragraphe dans la section III, "Renseignements complémentaires", définissant ce terme.

Il existe deux raisons principales au choix du point d'ébullition. La première est que la température d'équilibre change
très rapidement en fonction du rapport liquide/vapeur au voisinage
du point de rosée et très lentement dans la région du point
d'ébullition. La seconde raison est la plus grande sensibilité du
point de rosée aux gradients de température parasites dans
l'appareil de mesure, car les dimensions de l'"échantillon" sont
faibles en comparaison de celles du thermomètre. La catalyse
ortho-para pourrait être un problème supplémentaire dans le
cas de l'hydrogène quand un catalyseur interne est utilisé. Le
début de condensation s'opérerait sur les parois du réservoir
à tension de vapeur plutôt que sur la surface du catalyseur et
ce liquide initial n'aurait pas la composition d'équilibre.

Il convient de noter que dans le cas de l'hydrogène et du néon, l'erreur résultant de l'emploi de moins de 100 % de liquide est inférieure à 0,1 mK jusqu'à environ 60 % de liquide, condition que l'on peut réaliser dans la plupart des cryostats à tension de vapeur. Les calculs n'ont pas été effectués pour l'oxygène, mais il ne semble pas y avoir de raison pour supposer que cet effet d'isotope soit d'un ordre de grandeur différent.

Remarques sur l'E.I.P.T.-1968

Par R. E. BEDFORD Conseil National de Recherches (Canada)

Résumé

Dans la région de température au-dessous de 630,74 °C l'E.I.P.T.-68 est divisée en cinq domaines délimités par six points fixes de définition. Lorsqu'on mesure des températures juste au-dessous d'un domaine donné, il peut être malcommode d'étalonner le thermomètre dans ce domaine inférieur ; dans ce cas il est souhaitable de connaître l'exactitude que l'on peut espérer en extrapolant les équations de définition vers les températures inférieures. Fondées sur un groupe de quarante-huit thermomètres, de telles échelles extrapolées s'avèrent remarquablement reproductibles au-dessus d'environ 30 K. On donne également les valeurs typiques des discontinuités dans $\rm d^2W/dT_{68}^2$ (une grandeur importante dans la détermination de quelques propriétés thermodynamiques) à la jonction des domaines, et les valeurs de dW/dT_{68} à 0 °C.

Dans la région de température entre 630,74 °C et 1 064,43 °C nous avons fait un grand nombre d'étalonnages et de comparaisons de thermocouples qui montrent l'unicité de l'E.I.P.T.-68 (dans cette région) à $^{+}$ 0,1 °C au moins et probablement à $^{+}$ 0,05 °C, et que les températures fondées sur les thermocouples Pt-13 Rh/Pt diffèrent de t_{68} d'au plus 0,1 °C à 800 °C. On examine ce qui en résulte du point de vue des critères de f.é.m. pour les thermocouples.

De la même façon que d'autres l'ont fait pour l'E.I.P.T.-48, nous montrons que l'influence de la longueur d'onde sur la température au-dessus de 1 064,43 °C dans l'E.I.P.T.-68 peut être la cause de désaccords dans les valeurs assignées au point de congélation de l'or.

Depuis l'introduction de l'E.I.P.T.-68 [1] en janvier 1969, un certain nombre d'articles ont été publiés pour élucider différents aspects de cette nouvelle échelle. Pour la région de température au-dessous de 273,15 K plusieurs auteurs [2-5] ont examiné le défaut de reproductibilité intrinsèque que l'on peut attendre d'échelles définies de cette façon générale (c'est-à-dire en interpolant entre des points fixes spécifiés avec un thermomètre à résistance de platine et en utilisant une fonction de référence et des écarts à partir de celle-ci).

Récemment, Bedford et Ma [6] ont envisagé le même problème pour l'E.I.P.T.-68 en particulier et ont conclu que l'Échelle a probablement un caractère d'unicité à 🛨 1 mK aux températures élevées et 🛨 3 mK aux basses températures dans cette région. Bedford, Durieux, Muijlwijk et Barber [7] ont calculé les relations les plus probables entre l'E.I.P.T.-68 et les quatre échelles antérieurement (et vraisemblablement encore) utilisées aux basses températures. Bedford et Kirby [8] ont indiqué un procédé simple d'itération pour convertir les valeurs mesurées de la résistance réduite W($extsf{T}_{\mathsf{KR}}$) $^{m{(1)}}$ en température ($extsf{T}_{\mathsf{68}}$), décrit des méthodes simples pour convertir dans l'E.I.P.T.-68 les étalonnages de thermomètres effectués dans la précédente échelle internationale (E.I.P.T.-48) ou dans l'une des échelles de basses températures mentionnées plus haut, et ont établi des formules reliant $T_{\mu Q}$ à T68. Douglas [9] a développé ces derniers calculs et a donné des formules pour convertir dans 1'E.I.P.T.-68 les valeurs de plusieurs propriétés thermodynamiques données dans l'E.I.P.T.-48.

Un certain nombre d'autres points de cette nature générale se rapportant à l'E.I.P.T.-68 sont discutés dans cet article.

⁽¹⁾ La résistance réduite d'un thermomètre à résistance de platine à une température quelconque est définie comme étant le rapport de la résistance du thermomètre à cette température à sa résistance à 273,15 K.

BIBLIOGRA PHIE

- International Practical Temperature Scale of 1968, Metrologia, 5, 1969, p. 35.
- PRESTON-THOMAS (H.) et BEDFORD (R.E.), Metrologia, 4, 1968, p. 14.
- SHAREVSKAYA (D.I.), ORLOVA (M.P.), BELYANSKY (L.B.) et GALOUSHKINA (G.A.), <u>Metrologia</u>, <u>5</u>, 1969, p. 103.
- 4. BELYANSKY (L.B.), ORLOVA (M.P.), SHAREVSKAYA (D.I.) et ASTROV (D.N.), Metrologia, 5, 1969, p. 107.
- MUIJLWIJK (R.), DURIEUX (M.) et van DIJK (H.), <u>Physica</u>, 43, 1969, p. 615.
- 6. Metrologia, 6, 1970, p. 89.
- 7. Metrologia, 5, 1969, p. 47.
- 8. Metrologia, 5, 1969, p. 83.
- 9. J. Res. N.B.S., 73-A, 1969, p. 451.

Nouveau pont en courant alternatif pour thermométrie à résistance

Par J. J. CONNOLLY, J. V. McALLAN et G. W. SMALL
National Standards Laboratory (Australie)

Résumé

On donne les caractéristiques de construction d'un nouveau pont en courant alternatif destiné à la thermométrie à résistance. Il fonctionne à 320 Hz et utilise une résistance fixe, des rapports donnés par un transformateur et un courant de 1 mA ou de √2 mA. Il possède cinq cadrans à décades permettant de passer de O à 111 Ω par échelon de 1 m Ω . Le reste apparaît sur un compteur à lecture directe permettant d'obtenir pour ce pont une résolution de 10 μΩ environ ; il comprend aussi une sortie séparée pour enregistrement. Aucun équilibrage distinct n'est nécessaire pour la réactance du thermomètre. Sa sensibilité à la résistance des conducteurs est inférieure à 1 x 10^{-6} , c'est-à-dire que sur 10 Ω l'erreur est inférieure à 10 $\mu\Omega$. Le pont est très stable et insensible aux forces électromotrices thermoélectriques. La lecture directe et l'enregistrement analogique en font un instrument très apte à suivre les petits changements de température.

Ces propriétés sont mises en lumière par des détails du comportement du pont au cours de mesures de précision telles que : courbes de fusion et de congélation des métaux servant de points fixes, variations de température dans les cellules à point triple de l'eau avec une résolution limitée par le bruit Johnson, comportement d'un point de fusion de la glace de construction industrielle, refroidi par des cellules de Peltier, et caractéristiques de charge de résistances à 2 K.

Position du D.A.M.W. (Allemagne) au sujet des Étalons Matériels de Référence

(Lettre au Président du C.C.T. [Traduction])

Berlin, le 7 avril 1971

Monsieur le Président,

J'ai reçu votre lettre du 12.3.71 au sujet des Étalons Matériels de Référence (EMR) utilisés en thermométrie, et je vous en remercie.

A mon avis, les substances pour la réalisation de l'E.I.P.T.-68 mentionnées dans le projet du "Rapport du Comité Consultatif de Thermométrie sur les EMR utilisés en thermométrie de précision" devraient être incluses dans la liste des EMR les plus importants.

En ce qui concerne le choix des EMR pour la définition des points fixes et pour les éléments sensibles des instruments d'interpolation, je suis d'accord avec vous.

Compte tenu de l'importance croissante des thermocouples en métaux précieux pour la mesure des températures, je propose d'ajouter les métaux platine et palladium au groupe des EMR pour les points fixes secondaires.

Il me semble très approprié que le B.I.P.M. effectue ou propose certains travaux pour définir des procédés d'analyse précis et reproductibles de ces substances. Je serais en outre très heureux si le C.C.T. pouvait fixer ses idées concernant une

collaboration internationale dans le domaine des EMR et s'il demandait aux Etats membres de faire connaître leur point de vue.

Veuillez agréer,

Signé : Prof. Dr JANCKE

TABLE DES MATIÈRES

COMITÉ CONSULTATIF DE THERMOMÉTRIE 9e Session (1971)

	Pages T
Notice historique sur les organes de la Convention du Mètre	5
Liste des membres	7
Ordre du jour	10
Rapport au Comité International des Poids et Mesures, par M. Durieux	11
Hommage à la mémoire de trois membres décédés : J. A. Hall (1968), M. Debure (1969) et C. R. Barber (1971)	
Échelle Internationale Pratique de Température de 1968 (Situation de l'E.I.P.T68 dans les laboratoires nationaux. Imperfections de l'E.I.P.T68 Point d'ébullition du Ne; définition de l'Échelle au-dessous de 90 K; proposition de remplacement de 273,15 K (0 °C) par la température du point triple de l'eau; incertitudes des points fixes secondaires. Corrections à apporter au texte de l'E.I.P.T68. Amélioration des techniques pour la réalisation des points fixes)	: - : :
Nouvelles déterminations de températures thermodynamiques (Point d'ébullition de l'eau. Mesures effectuées dans les laboratoires: thermomètres à gaz acoustique, à bruit d'agitation thermique; pyrométrie optique)	,
Progrès dans les techniques de mesure de la température (Thermomètres à résis tance de platine aux températures élevées. Nouvelles tables pour les thermo couples Pt-Rh/Pt. Comparaison internationale de thermomètres résistance de germanium. Comparaison internationale des échelles du pyro mètre optique. Erreurs dans les échelles des thermomètres à tension de vapeu de l'hélium. Recherches et études diverses: Thermocouples rhodium-fer matériaux pour thermocouples aux basses températures; mesures sur des thermomètres à résistance de platine au-dessous de 13,81 K; étalonnage des thermomètres à résistance de germanium)	- 1 - r ; ;
Évocation de quelques communications présentées au « 5th Symposium or Temperature Measurement (Washington, 1971). Importance d'une connais sance exacte du point de congélation du platine	-

Modifications éventuelles à apporter à l'E, I.P.T68. (Extension vers les basses températures (4 K à 14 K). Changement entre $T_{88} = 13.81$ K et $t_{68} = 1.064.43$ %: Extension des domaines du thermomètre à résistance de platine et du pyromètre; proposition de remplacement du point d'ébullition de l'oxygène par le point triple de l'argon ou d'utilisation au choix de ces points. Définition du point d'ébullition du néon avec l'isotope ²⁰ Ne. Recuit et étalonnage des thermocouples)	18
Dissolution des anciens Groupes de travail. Constitution de quatre nouveaux Groupes de travail chargés de l'établissement et de la mise à jour permanente des documents pour la révision de l'E. I. P. T68	20
Question diverses:	
 Préparation de nouvelles comparaisons internationales de thermomètre à résistance de germanium au-dessous de 35 K Étalonnage au niveau des étalons secondaires Température des plasmas (T > 4 000 K) Point de congélation de l'alumine comme point fixe secondaire Recherches recommandées (voir la Recommandation T 1 (1971)). Poursuite des comparaisons de thermomètres à résistance de platine entre 13,81 et 273,15 K 	21 22 22 22 22
— Documents de travail présentés aux sessions futures du C.C.T	23
Rapport au C.I.P.M. Désignation de C.A. Swenson comme membre spécialiste .	23
Publication des documents présentés à cette session : la plupart des documents seront publiés seulement en résumés	23
Recommandation présentée au Comité International des Poids et Mesures :	
Recommandation T 1 (1971) (Possibilité d'étendre le domaine pyrométrique de l'E.I.P.T. vers des températures plus basses, Étude des écarts entre l'E.I.P.T68 et l'échelle thermodynamique, Température du point de congélation du platine, Température des plasmas)	24
Rapport du C.C.T. sur les Étalons Matériels de Référence utilisés en thermométrie de précision	25
Annexes	
T 1. Documents présentés à la 9° session du C.C.T.	27
T 2 à T 11. Situation de l'E.I.P.T68 dans les laboratoires nationaux:	
National Standards Laboratory (Australie) Istituto di Metrologia G. Colonnetti (Italie) National Physical Laboratory (Royaume-Uni) National Bureau of Standards (États-Unis d'Amérique) Deutsches Amt für Messwesen und Warenprüfung (Allemagne) Institut National de Métrologie (France) National Research Laboratory of Metrology (Japon) Kamerlingh Onnes Laboratorium (Pays-Bas) Conseil National de Recherches (Canada) Institut des Mesures Physicotechniques et Radiotechniques (U.R.S.S.)	36 42 45 48 49 51 53 56 58 60
T 12. Proposition pour remplacer 273,15 K (0 °C) dans la définition de l'E.I.P.T 1968 par 273,16 K (0,01 °C) (Résumé), par F. G. Brickwedde	61
T 13. N.B.S. (États-Unis d'Amérique). — Effets de sorption sur l'échelle thermo- dynamique. Température du point d'ébullition de l'eau déterminée par le thermomètre à gaz du N.B.S. (Résumé), par L. A. Guildner, R. L. Anderson et R. E. Edsinger	62
T 14. P.T.B. (Allemagne). — Note sur une détermination de la température thermodynamique du point d'ébullition de l'eau, par W. Thomas	63

T	15.	N.S.L. (Australie). — Comparaison des points de congélation de l'aluminium et de l'antimoine (Résumé), par J. V. McAllan et M. M. Ammar	65
Т	16.	I.M.G.C. (Italie). — Comparaison de thermomètres à résistance de platine au point de congélation de l'antimoine, par G. Bongiovanni, L. Crovini et P. Marcarino	66
Т	17.	N.P.L. (Royaume-Uni). — Thermométrie à résistance de platine jusqu'au point de l'or (Résumé), par M. V. Chattle	75
Т	18.	N.R.L.M. (Japon). — Stabilité du thermomètre à résistance de platine de 25 Ω jusqu'à 1 100 °C (Résumé), par S. Sawada et T. Mochizuki	76
Т	19.	N.B.S. (États-Unis d'Amérique). — Stabilité des thermomètres à résistance de platine (Résumé), par R. L. Anderson	77
Т	20.	N.S.L. (Australie). — Eutectiques binaires métalliques utilisés comme points fixes thermométriques (Résumé), par J. V. McAllan	78
Т	21.	N.R.C. (Canada). — Influence des défauts cristallins du platine sur les thermomètres à résistance de platine (Résumé), par R. J. Berry	79
Т	22.	N.S.L. (Australie). — Confrontation de la méthode des points fixes et de la méthode comparative pour l'étalonnage des thermocouples Pt-Rh/Pt dans le domaine de 0 à 1 064 °C (Résumé), par T. P. Jones	80
Т	23.	N.R.C. (Canada), N.P.L. (Royaume-Uni) et N.B.S. (États-Unis d'Amérique). — Nouvelles tables de référence pour les thermocouples Pt-10 % Rh/Pt et Pt-13 % Rh/Pt (Résumé), par R. E. Bedford et C. K. Ma; C. R. Barber, T. R. Chandler et T. J. Quinn; G. W. Burns et M. Scroger	81
\mathbf{T}	24.	N.R.C. (Canada). — Nouvelles considérations sur la préparation, les propriétés et les limitations du thermocouple étalon en thermométrie (Résumé), par E. H. McLaren et E. G. Murdock	82
Т	25.	${\rm B.I.P.M.} - \mathit{Temp\'erature\ du\ point\ de\ cong\'elation\ de\ l'or,\ par\ J.\ Bonhoure} .$	84
Т	26.	N.B.S. (États-Unis d'Amérique). — Comparaison de l'E.I.P.T1968 au-dessus de 1 064 °C entre quatre laboratoires nationaux (Résumé), par H. J. Kostkowski et R. D. Lee	88
Т	27.	I.M.G.C. (Italie). — Réalisation de l'Échelle Internationale Pratique de Température au-dessus du point de l'or, par F. Lanza, R. Perissi et T. Ricolfi	91
Т	28.	I.M.G.C. (Italie). — Pyrométrie optique à une longueur d'onde effective de $1~\mu m$ (Résumé), par F. Righini, A. Rosso et G. Ruffino	98
Т	29.	P.T.B. (Allemagne). — Réalisation de l'E.I.P.T1968 à environ 10^4 K (Résumé), par H. Nubbemeyer, D. Stuck et B. Wende	100
Т	30.	P.T.B. (Allemagne). — Appareil pour la réalisation du point triple de l'oxygène (Résumé), par W. Thomas et W. Blancke	101
Т	31.	N.R.C. (Canada). — Purification de l'oxygène par fusion de zone (Résumé), par J. Ancsin	102
Т	32.	N.S.L. (Australie). — La température de transition de l'oxygène solide (Résumé), par W. R. G. Kemp et C. P. Pickup	103
Т	33.	N.B.S. (États-Unis d'Amérique). — <i>Point d'ébullition et point triple du</i> ²⁰ Ne (Résumé), par G. T. Furukawa	104
Т	34.	N.B.S. (États-Unis d'Amérique). — <i>Point triple de l'argon</i> (Résumé), par G. T. Furukawa, W. R. Bigge et J. L. Riddle	106
Т	35.	K.O.L. (Pays-Bas). — Recherches en thermométrie au Kamerlingh Onnes Laboratorium	107

110	K.O.L. (Pays-Bas). — Tensions de vapeur de l'oxygène et de l'azole liquides (Résumé), par J. L. Tiggelman, R. Muijlwijk, M. R. M. Moussa et M. Durieux	36.	Т
111	K. O. L. (Pays-Bas). — Tension de vapeur du néon liquide et solide entre 19 et 30 K (Résumé), par J. L. Tiggelman, C. Van Rijn et M. Durieux.	37.	Т
112	I.M.P.R. (U.R.S.S.). — Recherches sur les matériaux de thermocouples pour basses températures (Résumé), par L. A. Medvedeva, M. P. Orlova, I. L. Rogelberg, V. M. Beilin et N. D. Loutzau	` 38.	Т
113	N.B.S. (États-Unis d'Amérique). — Utilisation de valeurs précises de capacilé thermique à l'analyse des intervalles de lempérature de l'E.I.P.T68 dans la région de 90 K (Résumé), par G. T. Furukawa et M. L. Reilly	39.	Т
114	N.P.L. (Royaume-Uni). — Proposition pour la définition d'une échelle pratique de température dans le domaine de 4 à 20 K (Résumé), par C. R. Barber	40.	Т
115	N.P.L. (Royaume-Uni). — Thermométrie à gaz à basse température au N.P.L. (Résumé), par K. H. Berry	41.	Т
116	N.R.L.M. (Japon). — Mesures au thermomètre à gaz au-dessous du domaine de l'E.I.P.T. (Résumé), par K. Mitsui, H. Sakurai et T. Mochizuki	` 42.	Т
117	N.P.L. (Royaume-Uni). — Thermomètre acoustique à basse fréquence pour le domaine de 2 à 20 K (Résumé), par A. R. Colclough	43.	Т
118	K.O.L. (Pays-Bas). — Une échelle de température magnétique entre 1,5 K et 30 K (Résumé), par C. Van Rijn et M. Durieux	44.	Т
119	Iowa State University (États-Unis d'Amérique). — Échelle de température de 0,9 à 18 K (Résumé), par T. C. Cetas et C. A. Swenson	45.	Т
121	N.R.L.M. (Japon). — Reproductibilité du point triple de l'hydrogène en équilibre (Résumé), par M. Takahashi et T. Mochizuki	46.	Т
122	N.P.L. (Royaume-Uni). — Réalisation des points fixes aux basses températures (Résumé), par J. C. Compton	47.	Т
124	N.S.L. (Australie). — Comparaison de quelques échelles de température au-dessous de 30 K à l'aide de thermomètres à résistance de germanium (Résumé), par W. R. G. Kemp, J. G. Collins, C. P. Pickup et R. Muijlwijk	` 48.	Т
126	N.S.L. (Australie). — Représentation de la caractéristique résistance- température des thermomètres à résistance de germanium au-dessous de 30 K (Résumé), par J. G. Collins et W. R. G. Kemp	3 49.	Т
127	K.O.L. (Pays-Bas). — Thermomètres à résistance de germanium entre 1,5 K et 30 K (Résumé), par C. Van Rijn, M ^{me} M. C. Nieuwenhuys- Smit, J. E. Van Dijk, J. L. Tiggelman et M. Durieux	50.	Т
128	K.O.L. (Pays-Bas). — Thermomètres à résistance de platine au-dessous de 13,81 K (Résumé), par J. L. Tiggelman et M. Durieux	51.	Т
129	N.P.L. (Royaume-Uni). — Un thermomètre à résistance rhodium-fer pour emploi au-dessous de 20 K (Résumé), par R. L. Rusby	52.	Т
131	N.B.S. (États-Unis d'Amérique). — Comparaisons isothermiques des tensions de vapeur de ³ He et ⁴ He (Résumé), par R. Gonano	53.	Т
132	N.B.S. (États-Unis d'Amérique). — Emploi des supraconducteurs pour les points fixes d'une échelle de température cryogénique (Résumé), par L.E. Schoolev et B. L. Sculen	54.	Т

— Т 151 —

Т	55.	N.S.L. (Australie). — Commentaires pour la 9° session du C.C.T. $$	133
Ţ	56.	N.P.L. (Royaume-Uni). — Définition de « point d'ébullilion » dans l'E.I.P.T1968, par J. P. Compton	139
Т	57.	N.R.C. (Canada). — Remarques sur l'E.I.P.T1968 (Résumé), par R. E. Bedford	141
Т	58.	N.S.L. (Australie). — Nouveau pont en courant alternatif pour thermo- métrie à résistance (Résumé), par J. J. Connolly, J. V. McAllan et G. W. Small	144
Т	59.	D.A.M.W. (Allemagne). — Position du D.A.M.W. au sujet des Étalons Matériels de Référence	145

IMPRIMERIE DURAND

28600-LUISANT (FRANCE)

Dépôt légal, Imprimeur, 1973, nº 1691 Dépôt légal, Éditeur, 1973, nº 20 ACHEVÉ D'IMPRIMER LE 1973-02-07 Imprimé en France