

Étalonnage et incertitudes associées de cuves refroidisseurs de lait en vrac de grande capacité - Calibration and uncertainties associated of milk cooling large capacity tanks

François Hennebelle^{1,a}, Thierry Coorevits²

¹Université de Bourgogne, Le2i, CNRS UMR 6306, 89010 Auxerre Cedex, France

²Arts & Métiers Paris Tech, MSMP, 59046 LILLE Cedex, France

Résumé. Dans le vocabulaire international de métrologie (édition 2008) [1], la définition de l'étalonnage a évolué. Il y a maintenant deux phases, la première est toujours d'établir la relation entre les valeurs et les incertitudes de mesure associées fournies par des étalons et les indications correspondantes avec les incertitudes associées. La deuxième phase est l'utilisation de cette information pour établir une relation permettant d'obtenir le résultat de mesure à partir de l'indication. Ce travail s'inscrit dans le cadre de l'amélioration de la qualité et de la traçabilité des réservoirs de grande capacité fabriqués par la société Nevinox (groupe Galactea) à Nevers (France). Le but du papier est de déterminer un abaque du volume en fonction de la hauteur du liquide contenu conformément à la nouvelle définition de l'étalonnage. L'étalonnage est effectué par empotement, c'est-à-dire en versant des jauges étalons dans la cuve et de mesurer la hauteur de liquide correspondante. Puis, à partir des hauteurs de liquide mesuré, nous déterminons le volume et l'incertitude associée. L'étalonnage est réalisé sur site de production, la meilleure incertitude de la mesure, obtenue par la méthode Monte Carlo [2], est de $\pm 2 \cdot 10^{-3}\%$, soit 32 litres ($k = 2$) pour un volume de 16000 litres.

Abstract. In the international vocabulary of metrology (2008 edition) [1], the definition of the calibration has evolved. In fact, there are now two important parts; namely, the first is always the relation between the quantity values with measurement uncertainties provided by measurement standards and corresponding indications with associated measurement uncertainties. The second part is the establishment relation for obtaining a measurement result from an indication. This work falls within the framework of improving the quality and traceability of the large capacity tanks manufactured by the Nevinox Company (Galactea group) at Nevers (France). The purpose of this paper is to determine an abacus linking volume and height of the liquid in the tanks in accordance with the new definition of calibration. The calibration is performed by gauging with potted, that is to say, calibrated gauges are versed in the tank and the corresponding height of liquid is measured. Then, from the heights of liquid measured, we seek to determine the volume and the associated uncertainty. This calibration is performed on the production site and the best measurement uncertainty obtained by the Monte Carlo method [2] is $\pm 2 \cdot 10^{-3} \%$, namely 32 liters ($k = 2$) for a volume of 16,000 liters.

1 Introduction

La définition de l'étalonnage proposée par le VIM édition 2008 [1] est en parfaite adéquation avec le problème de l'établissement du barème pour les tanks à lait. Les tanks qui nous intéressent ici sont des cuves cylindriques à base elliptiques fabriquées en inox (Figure 1). Ces tanks accueillent le lait après la traite des vaches. Pour évaluer le volume de lait dans le tank, on mesure la hauteur de lait à l'aide d'une règle et on utilise une table de conversion appelée « barème » pour obtenir le volume. L'incertitude sur le volume de lait a évidemment une incidence commerciale. L'entreprise qui fabrique la cuve

a l'obligation de maîtriser les incertitudes sur l'ensemble du processus.

L'étalonnage va donc être pratiqué en deux étapes conformément à la définition du VIM mais également à la pratique industrielle. Dans une première étape, la cuve va être remplie avec des volumes connus d'eau (grâce à des récipients qui font l'objet d'un certificat d'étalonnage). Au fur et à mesure du remplissage, on mesure la hauteur dans la cuve. On obtient donc un ensemble de points que l'on peut représenter dans un graphique avec les volumes en abscisses et les hauteurs en ordonnées. On a évidemment une incertitude sur les volumes et une incertitude sur les hauteurs. Dans une seconde étape (réalisée à la ferme), on mesure la hauteur

^a Corresponding author: francois.hennebelle@u-bourgogne.fr

de lait et on en déduit, grâce à un modèle déterminé à partir des données de la première étape, le volume de lait. Ce volume de lait est le mesurande. Le barème est la traduction de ce modèle sous la forme d'un tableau de valeurs à l'intérieur duquel on peut interpoler la valeur cherchée.

En français, le fait de vérifier un tonneau en le remplissant d'eau avec des volumes connus est appelé l'empotement ou l'épalement. C'est une opération historiquement très ancienne.

2 Objectifs, processus et mesurande

2.1 Objectifs

L'objectif de l'entreprise est d'homologuer ses cuves de grande capacité, c'est-à-dire comprises entre 10000 et 16000 litres (Figure 1).



Figure 1. Photo d'une cuve fabriquée par l'entreprise

2.2 Contraintes

2.2.1. Niveau d'incertitudes, contraintes réglementaire et documents

L'arrêté du 20 septembre 2010 relatif aux cuves de refroidisseurs de lait en vrac [3] précise que « Les volumes figurant sur le constat de vérification primitive et le barème de jaugeage doivent être déterminés avec des incertitudes relatives, en plus et en moins, n'excédant pas 0,5 % ». A titre d'exemple, cette contrainte réglementaire impose donc une incertitude de 80 litres pour une cuve de 16000 litres, soit une incertitude-type (k=1) de 26 litres.

Les textes réglementaires [3, 4 et 5] sont donnés en bibliographie et précisent l'ensemble des contraintes dans le domaine. Le document [6] est une recommandation de l'OIML et les documents répertoriés [7 et 8] sont deux documents du Comité Français d'Accréditation (COFRAC) dont un bilan des causes d'incertitudes selon le GUM est donné [9].

Les documents [10, 11 et 12] sont des exemples d'accréditation dans le domaine des cuves.

2.2.2. Prise en compte des variations de température de l'eau

L'étalonnage étant fait sur le site de production avec de l'eau issue du réseau urbain, les variations de température de celle-ci sont loin d'être négligeables entre l'hiver et l'été. Pour garantir les incertitudes de mesure recherchée, il est donc impératif d'effectuer les corrections de température et de tenir compte de l'incertitude sur cette correction.

Le guide technique d'accréditation LAB GTA 01 page 65 [7] donne l'évolution du coefficient de dilatation de l'eau en fonction de la température. L'évolution de ce coefficient de dilatation est donnée dans la Figure 2.

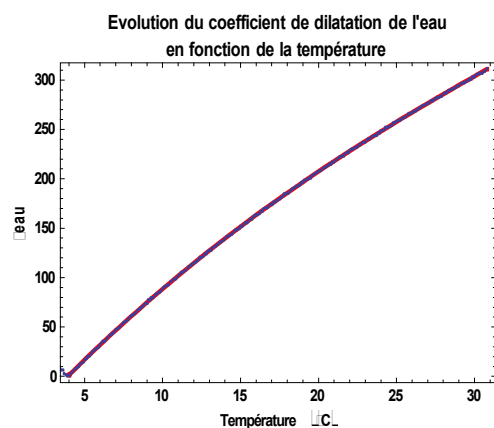


Figure 2. Evolution du coefficient de dilatation de l'eau en fonction de la température en $10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$

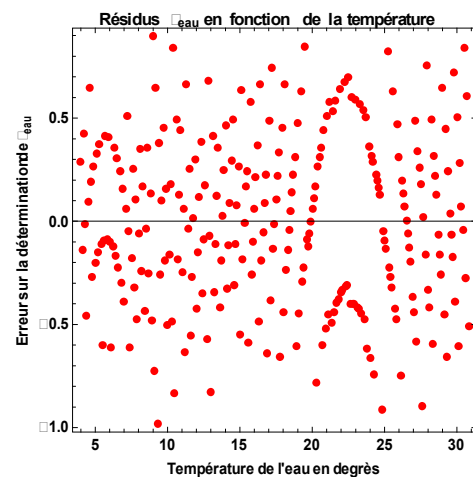


Figure 3. Résidus en $10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ de l'interpolation choisie pour la détermination du coefficient de dilatation de l'eau

A 4°C, la courbe présente un point d'inflexion, l'eau prenant le minimum de place à 4°C. Au-dessus de 30°C, l'évolution n'est pas bien connue à cause du phénomène de bullage qui commence à apparaître. De ce fait, le processus d'étalonnage est défini avec une température d'eau comprise entre 4 et 30°C. L'évolution du coefficient de dilatation de l'eau a été caractérisée par une

fonction polynomiale de degré 3, le second graphe présente les résidus obtenus. L'incertitude résiduelle sur le coefficient de dilatation de l'eau est donc faible sur cette plage de température (Figure 3).

Réglementairement, la variation de température de l'eau, pendant l'étalonnage, doit être limitée à 2°C.

2.2.3. Volume minimal et nominal

La capacité nominale de la cuve est le volume maximal mesurable. Elle correspond à la valeur maximale du volume indiqué sur le barème de jaugeage. De ce fait, une cuve à un volume supérieur au volume nominal pour tenir compte de la zone non mesurable, calculé de la même façon que le volume minimum mesurable.

La capacité minimale est le volume minimal mesurable. Sa valeur est déterminée lors de l'examen de type et doit figurer sur le barème de jaugeage. Au-dessous de cette valeur le barème n'est pas garanti. Le volume minimal mesurable correspond à un niveau tel que la sensibilité y soit égale à un millimètre pour quatre millièmes du volume contenu [3].

2.3 Description du mesurande

Le mesurande en phase d'étalonnage est donc le volume d'eau contenu dans la cuve à 20°C.

2.3 Description du processus de mesure

Le processus de mesure pour l'étalonnage actuel reprend les points suivants :

- Faire le remplissage de la cuve avec des capacités étalons (jauges de 100, 200 et de 300L étalonnées par le LNE).
- La T° de l'eau doit être comprise entre 4 et 30°C et ne pas varier de plus de 2°C durant le jaugeage.
- Les mesures de hauteur d'eau dans la cuve sont réalisées au moyen d'une règle graduée.
- C'est le même opérateur qualifié qui effectue l'étalonnage d'une cuve pour éviter toute erreur de manipulation.
- Les déformations de la cuve hors température, dues au poids de l'eau, sont négligeables.
- Les variations de température de l'acier inox de la cuve sont prises en compte en termes d'incertitudes de mesure car l'étalonnage est réalisé à 20°C et la cuve est réfrigérée en utilisation industrielle à 4°C.
- Le but de l'étalonnage est de déduire une courbe de volume de liquide en fonction de la hauteur mesurée avec les incertitudes de mesure correspondantes.
- Le barème est calculé du volume minimum mesurable au volume nominal de la cuve.
- Les mesures sont corrigées en fonction de la température de l'eau (connaissance du coefficient de dilatation de l'eau).

L'opération d'étalonnage est une comparaison entre le volume des jauges étalons et le volume de la cuve, l'eau servant de transfert. La température modifie le volume des jauges. Néanmoins, la température de l'eau si elle est

constante et connue ne change pas le résultat. De ce fait, l'étalonnage à 20°, avec de l'eau, est exempté de biais en utilisation industrielle avec du lait à 4°C (cuve réfrigérée).

3 Mise en place du modèle

3.1 Modèle théorique

Soit un tank de section elliptique de dimension $2a$ et $2b$ respectivement suivant les directions x et y et de dimension L suivant l'axe z (Figure 4). On recherche la hauteur et le volume correspondant de cette cuve. On considère que la cuve est parfaitement horizontale.

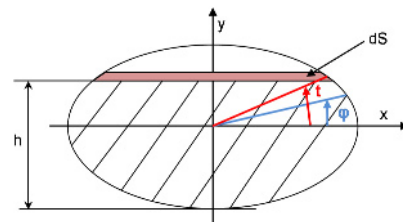


Figure 4. Section verticale d'une cuve

L'ellipse a pour équation paramétrique :

$$\begin{cases} x = a \cos \varphi \\ y = b \sin \varphi \end{cases} \quad (1)$$

L'élément dS s'écrit : $dS = 2x \, dy = 2 \cdot a \cos \varphi \cdot b \cos \varphi \, d\varphi$

La surface définit entre $\varphi = -\pi/2$ et $\varphi = t$ s'écrit donc :

$$S = \int_{-\pi/2}^t 2ab \cos^2 \varphi \, d\varphi = ab \left(\frac{\pi}{2} + t + \frac{\sin 2t}{2} \right) \quad (2)$$

La profondeur mesurée est alors $h = b(1 + \sin t)$ (3)

La courbe paramétrique permettant de définir la hauteur en fonction du volume s'écrit, selon (2) et (3), par :

$$\begin{cases} h = b(1 + \sin t) \\ V = \frac{abL}{2} (\pi + 2t + \sin 2t) \end{cases} \quad (4)$$

Pour une cuve théorique de 10000 litres, par exemple, cette courbe a l'allure donnée à la Figure 5.

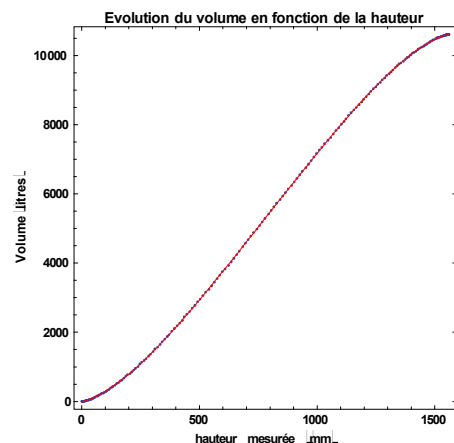


Figure 5. Barème théorique pour une cuve de 10000 litres

On ne peut pas utiliser directement le modèle mathématique sur une cuve réelle en particulier parce que, en plus des variations dimensionnelles, les parois internes des cuves se déforment lors de la phase de production consistant à réaliser l'isolation thermique. Par contre l'étude théorique suggère une méthode polynomiale de degré impair (pour représenter correctement les fonctions sinus) et permet d'étudier la capacité de l'interpolation à bien représenter une cuve théorique qui est le minimum que l'on puisse demander au modèle polynomial.

3.2 Validation de l'interpolation polynomiale

Si l'on trace les résidus sur l'intégralité du volume de la cuve (Figure 6), on se rend compte que la courbe polynomiale est une mauvaise approximation de la courbe théorique. Les extrémités de la courbe perturbent sérieusement la qualité du résultat et provoquent des oscillations. Il est toujours possible d'augmenter le degré mais on sait que c'est une solution à manipuler avec prudence, on pourrait avoir des oscillations sur l'interpolation des données expérimentales. On a donc choisi de limiter l'interpolation à la partie réglementaire comprise entre le volume minimum mesurable et le volume nominal de la cuve.

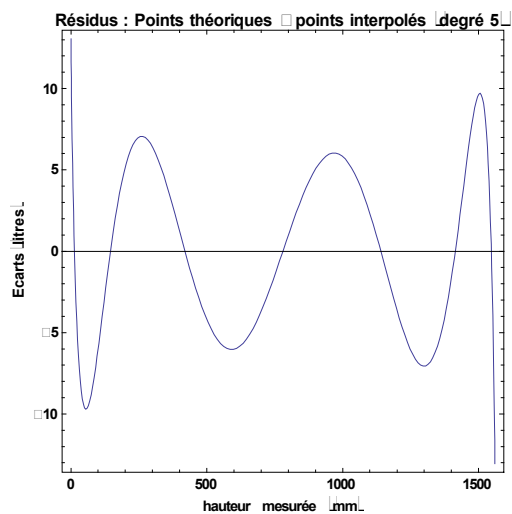


Figure 6. Tracé de la différence entre la courbe théorique et la courbe interpolée

3.3. Calcul du barème sur la partie réglementaire

La définition du volume mesurable [3] est le suivant : « Le volume minimal mesurable correspond à un niveau tel que la sensibilité y soit égale à un millimètre pour quatre millièmes du volume contenu. ».

Selon le VIM [1], la sensibilité est le quotient de la variation d'une indication d'un système de mesure par la variation correspondante de la valeur de la grandeur mesurée. Le volume minimum mesurable est donc défini

$$\text{par : } \frac{dV(h)}{dh} = \frac{4 V(h)}{1000} \quad (5)$$

Les équations paramétriques du volume théorique d'une cuve de section quasi-elliptique et de la hauteur,

déterminée précédemment, peuvent être transformées en relation fonctionnelle :

$$V(h) = \frac{a \cdot b \cdot L}{2} * \left(\begin{array}{l} \pi + 2 * \text{ArcSin} \left(\frac{h}{b} - 1 \right) \\ + \text{Sin} \left(2 * \text{ArcSin} \left(\frac{h}{b} - 1 \right) \right) \end{array} \right) \quad (6)$$

Et donc:

$$\frac{dV(h)}{dh} = aL \left(\frac{1 + \text{Cos} \left(2 \text{ArcSin} \left(1 - \frac{h}{b} \right) \right)}{\sqrt{1 - \left(1 - \frac{h}{b} \right)^2}} \right) \quad (7)$$

De ce fait, la résolution de (5) via (6) et (7), nous permet de trouver la hauteur minimale mesurable, h_{\min} permettant de respecter l'arrêt. Le volume minimal mesurable correspondant étant $V(h_{\min})$.

Le volume minimum mesurable étant déterminé, on peut alors définir la capacité nominale et calculer le barème sur la partie réglementaire.

Les interpolations sont réalisés par la méthode des moindres carrés ordinaire (O.L.S., §5 de la norme ISO/TS 28037) dans la mesure où les incertitudes sur les étalons sont négligeables [13]

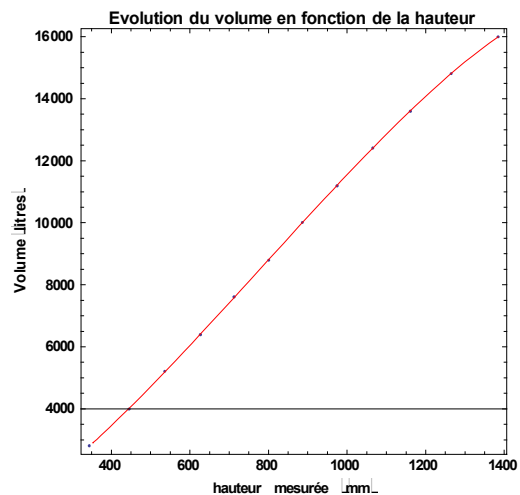


Figure 7. Courbe de barème sur la partie réglementaire

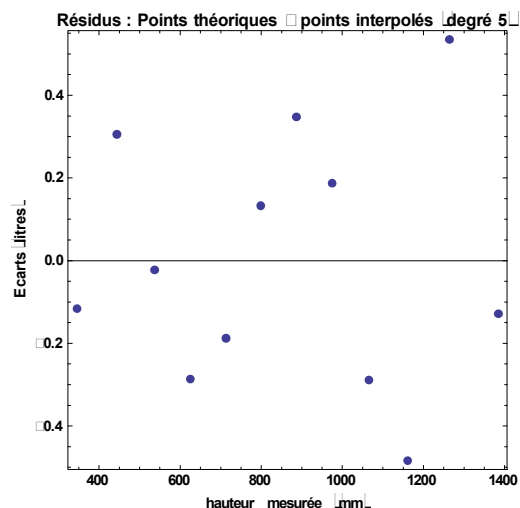


Figure 8. Résidus réels calculés sur la partie réglementaire

La Figure 7 représente la courbe de barème en fonction polynomiale de degré 5 calculé sur les points théoriques d'épalement simulés. Les résidus de cette interpolation sont donnés en Figure 8. Les erreurs dus à l'interpolation polynomiale sont inférieurs à ± 0.5 litres, ce qui est faible dans le bilan des causes d'incertitudes. L'interpolation de degré 5 est donc justifiée

4 Bilan des causes d'incertitudes sur la première étape

Un bilan des principales causes d'incertitudes au cours du processus d'étalonnage est réalisé à partir des préconisations du GUM et des textes normatifs de références dans le domaine du jaugeage. Le processus étant relativement complexe, nous avons choisi de calculer les incertitudes par la méthode de Monte Carlo, correspondant au supplément 1 du GUM. Les résultats présentés dans ce papier correspondent à 100000 simulations.

Les paramètres de la simulation sont :

- Les incertitudes sur les étalonnages des jauges effectués par le LNE
- Le coefficient de dilatation de l'eau à la température considéré, pour corriger les relevés et incertitudes sur ce coefficient fixé à $\pm 1 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$.
- Le coefficient de dilatation de l'acier inox fixé à $17 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{K}^{-1}$.
- L'incertitude sur le coefficient de dilatation de l'acier fixée à $2 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ et pris en compte en loi uniforme
- La variation de température durant le jaugeage est fixée à 2°C et prise en compte en loi uniforme
- L'erreur de lecture du niveau de liquide prise à 2mm
- Incertitude sur la règle utilisée (Classe II), soit $0,3+0,2 L$ ($k=2$), L étant la longueur mesurée.

La simulation de Monte Carlo est effectuée à partir des données d'une cuve de 16000 litres.

Après 100000 simulations, les résultats obtenus sont les suivants :

- L'incertitude-type du volume de 16000 litres est de 10,3 litres (Figure 9)
- L'incertitude-type sur la hauteur au volume de 16000 litres est de 0,8 mm (Figure 10).
- Les variabilités de volume (Figure 11) augmentent au fur et à mesure du remplissage, l'incertitude maximale correspond donc à celle du volume nominal (16000 litres).
- Les variabilités sur les hauteurs sont relativement stables, ce qui est logique dans la mesure où l'incertitude prépondérante est lié à la lecture de la règle qui n'est pas fonction de la hauteur mesurée (Figure 12).

La Figure 13 représente les différents points d'épalement et les incertitudes associées. La Figure 14 représente l'incertitude sur l'épalement de 16000 litres.

Si on considère que les incertitudes sur la hauteur et celle du volume sont indépendantes, ce qui n'est pas le cas, il est alors erroné de tracer une courbe de barème. En effet, il n'est pas physiquement correct d'interpoler aux

moindres carrés directement l'ensemble des données simulées afin d'obtenir une incertitude sur le volume en fonction de la hauteur mesurée. Cette problématique est difficile car il n'existe pas réellement de solutions viables et scientifiquement résolu en dehors des problèmes linéaires.

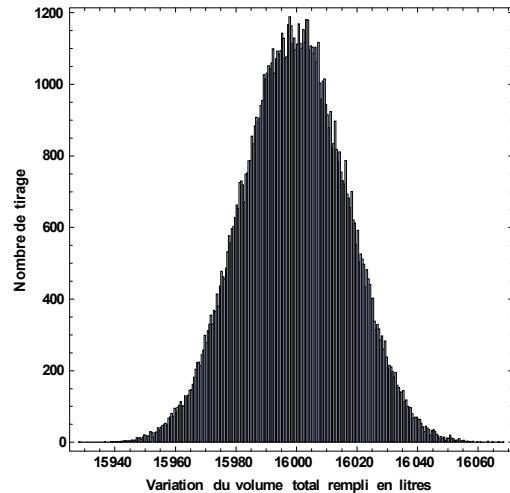


Figure 9. Distribution des volumes obtenus par simulation

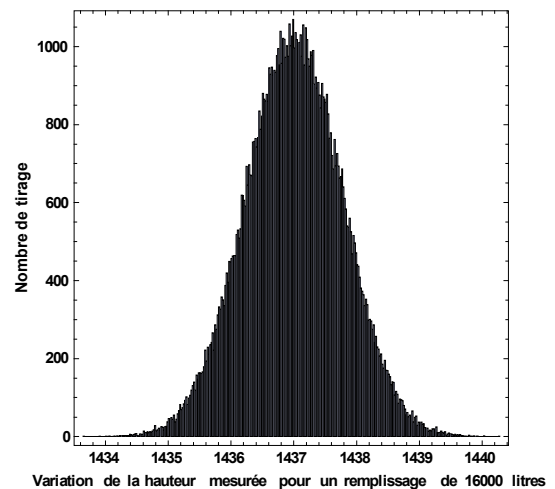


Figure 10. Distribution des volumes obtenus par simulation

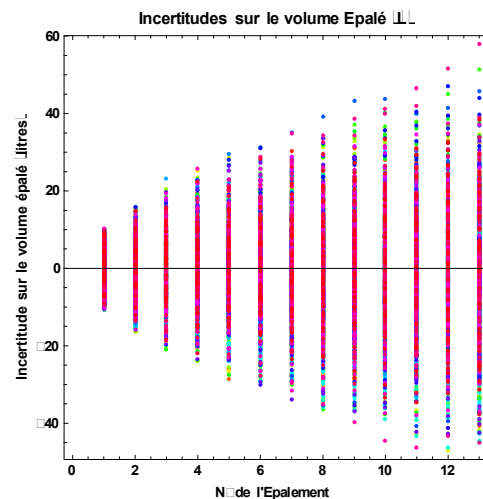


Figure 11. Incertitudes sur le volume pour chaque épalement

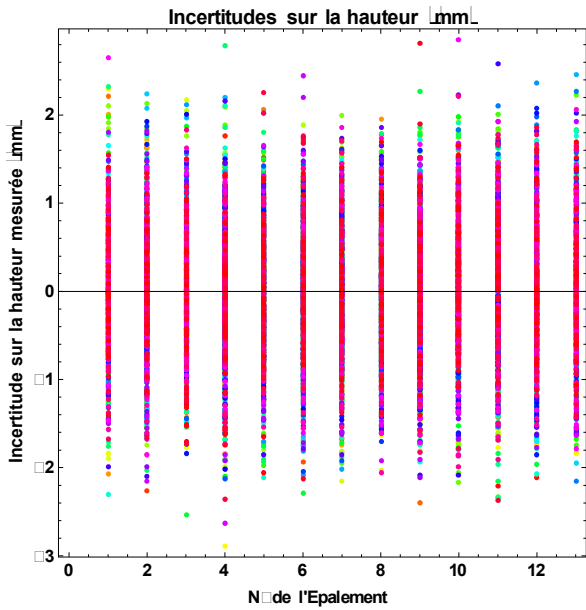


Figure 12. Incertitudes sur la hauteur pour chaque épalement

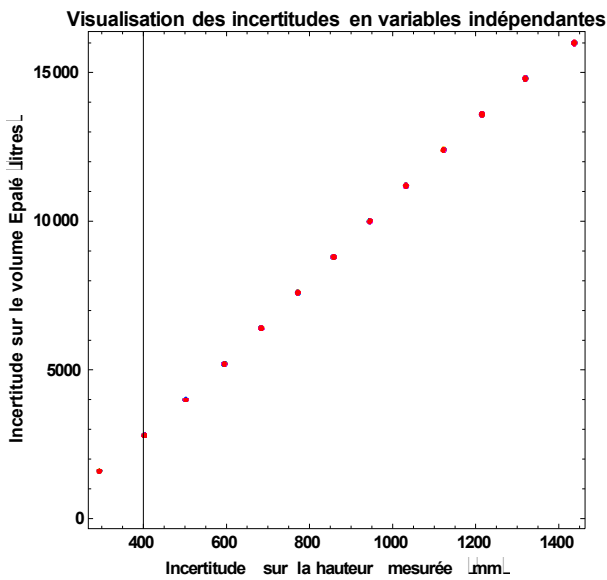


Figure 13. Incertitudes sur chaque épalement

Or si l'on considère une courbe de barème par simulation de Monte Carlo, aux moindres carrés sur les points de la simulation, la moyenne de toutes les courbes est alors un compromis intéressant dans la mesure où les coordonnées des hauteurs et des volumes sont déterminés avec les mêmes fluctuations d'entrée, donc avec la même « histoire ». Cette information supplémentaire est un apport supplémentaire de la méthode de Monte Carlo.

Les fluctuations des courbes de barème (Figure 15) par rapport à la courbe de barème moyenne (Figure 16) est donc une bonne évaluation des incertitudes de mesure sur le volume pour une hauteur donnée.

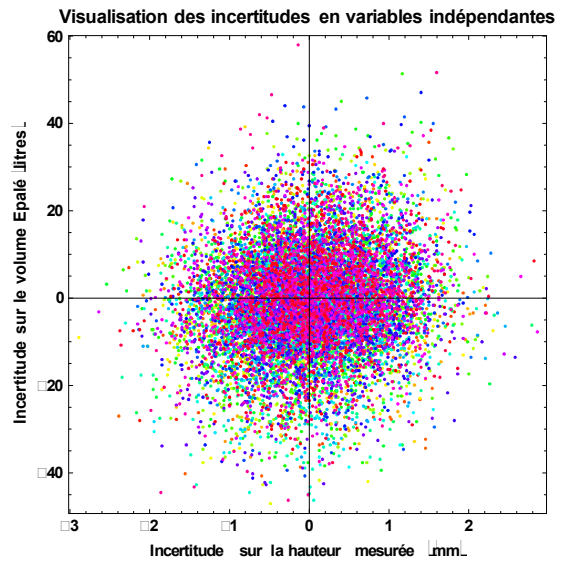


Figure 14. Incertitudes pour l'épalement de 16000 litres

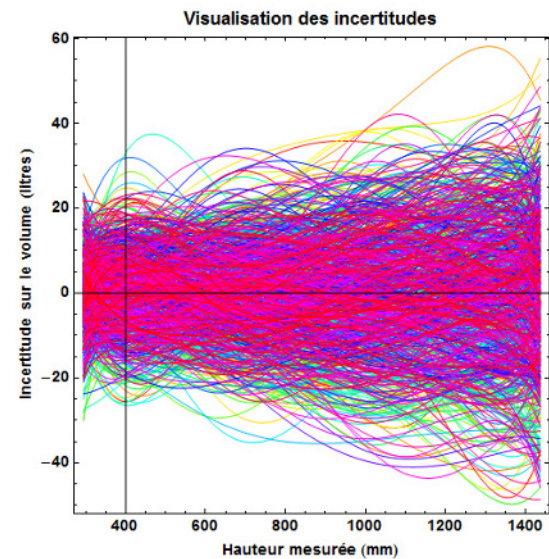


Figure 15. Incertitudes sur la courbe de barème calculée

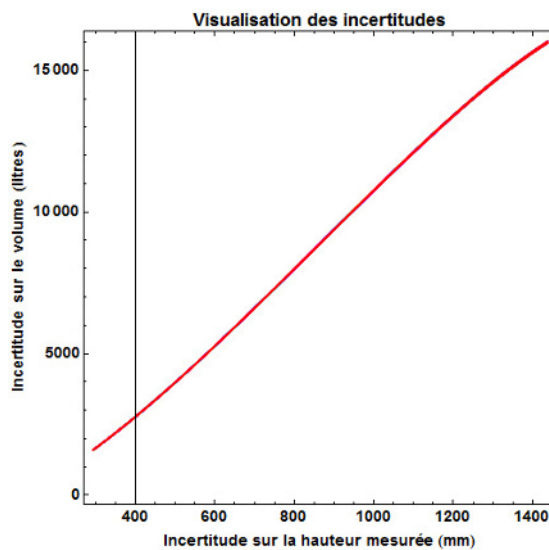


Figure 16. Courbe de barème moyenne obtenue

Le résultat en termes d'incertitudes élargies est présenté sur la Figure 17. La bande grisée correspond à l'incertitude élargie ($k=2$), on trouve 32 litres maximum (à 16000 litres) pour une cuve de 16000 litres. Les points de part et d'autre de cette bande correspondent aux extrêmes simulés par Méthode de Monte Carlo.

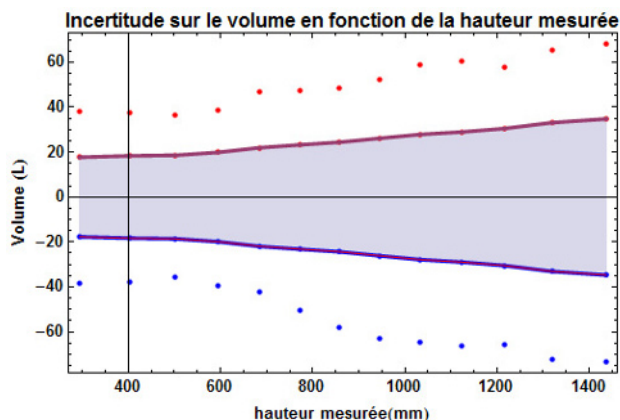


Figure 17. Résultats pour une cuve de 16000 litres

Au vue des incertitudes sur les hauteurs rencontrés et de l'incertitude liée à ces variations de hauteurs sur les volumes, nous estimons que l'erreur maximale que l'on pourrait commettre, si erreur il y a, avec notre méthode est de l'ordre de 7,0 litres à un écart-type pour 16000 litres. Pour obtenir cette erreur, nous avons calculé par rapport à notre courbe de barème moyenne, l'erreur sur le volume résultant d'une erreur de hauteur de 0,8 mm (incertitude-type sur les hauteurs). Si l'on additionne cette erreur à l'incertitude-type que nous avons obtenu, ce qui est extrêmement défavorable, on trouve alors une incertitude-type de 17,3 litres ce qui est bien inférieur à l'incertitude-type réglementaire fixée à 26 litres pour une cuve de 16000 litres.

5 Conclusion

La traçabilité des cuves de grande capacité de l'entreprise NEVINOX de NEVERS est donc assurée. Nous obtenons des incertitudes bien inférieures aux réglementations. Les modifications du processus industriel sont donc validées. L'entreprise peut donc vendre en toute sérénité ses produits qui sont, à ce jour, homologués.

Le travail actuel consiste à automatiser les phases de remplissage et à mesurer par capteur les différentes hauteurs de liquide pour supprimer complètement les erreurs éventuels de manipulation. Actuellement, des vérifications sont effectuées, par le logiciel mis au point pour l'entreprise, par rapport aux courbes théoriques afin de détecter les éventuelles erreurs et éditer automatiquement les procès-verbaux d'étalonnage avec archivage intégré.

Références bibliographiques

1. JCGM 200:2012, *Vocabulaire International de Métrologie (VIM) – Concepts fondamentaux et généraux et termes associés– 3^{ème} édition*, Disponible sur le site du BIPM.
2. JCGM 101:2008, *Évaluation des données de mesure - Supplément 1 du "Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure" – Propagation de distributions par une méthode de Monte Carlo*, Disponible sur le site du BIPM
3. Arrêté du 20 septembre 2010 relatif aux cuves de refroidisseurs de lait en vrac - NOR : ECEI1024074A
4. Circulaire du 15 mars 1991 du Ministère de l'Industrie et de l'Aménagement du Territoire - n° 91.00.340.001.1 relative aux récipients-mesures utilisés pour le transport des produits liquides à la pression atmosphérique
5. Décision du ministre de l'économie, de l'industrie et de l'emploi, n° 09.00.110.003.1 du 21 octobre 2009 relative aux moyens d'étalonnage dans le domaine du mesurage statique et dynamique des liquides
6. OIML R 80-1 - International Recommendation – Edition 2009 (E) - *Camion et wagons citernes avec mesure de niveau - Partie 1 : Exigences métrologiques et techniques*
7. LAB GTA 01, Révision 00, Guide Technique d'accréditation, *étalonnage de récipients-mesures par transfert de liquide dans le domaine de mesurage statique des volumes*, (Juin 2003), Disponible sur le site du COFRAC
8. *Incertainces de mesure en matière de jaugeages*, COFRAC : Document n°2276 (Révision 00) – (Avril 1999) – SDM : Note n°98.00.340.001.9 (Révision 2)
9. JCGM 100:2008, *Évaluation des données de mesure - Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure - -* Disponible sur le site du BIPM
10. Accréditation COFRAC n°2-1827 - Section Laboratoires, *mesurage statique des volumes : Transfert de liquide avec compteur – R.D.E.R.N.* (9 avril 2010).
11. Accréditation COFRAC n°2-1867 - Section Laboratoires - : Annexe technique à l'attestation d'accréditation (convention n°1 31 2) – site concernée : Jaugeage CUGNART SARL.
12. Accréditation n°2-1830 - Section Laboratoires, (30 novembre 2010) et annexe technique à l'attestation d'accréditation (convention n°3333) – site concerné : APAVE SUDEUROPE SAS – Station de jaugeage – mesure statique des volumes : jaugeage de citernes de transport routier par transfert de liquide avec jauges.
13. *Application du nouveau concept d'étalonnage du VIM3 – Guide du Collège Français de Métrologie – Collection Technique* (2013)