

# Masse et grandeurs apparentées

## *Mass and related quantities*

### 1. Introduction

Les travaux menés en 2006 en « masse et grandeurs apparentées », détaillés dans les lignes qui suivent, ont fait intervenir deux laboratoires nationaux de métrologie (le LNE-INM au CNAM et le LNE/CMSI) ainsi que trois laboratoires associés (le laboratoire de métrologie dynamique de l'ENSAM-Paris, LNE-ENSAM/LMD, le laboratoire associé de débitmétrie gazeuse, LNE-LADG, ainsi que les laboratoires de débitmétrie liquide et d'anémométrie du CETIAT, LNE-CETIAT).

L'année 2006 a été l'occasion d'étendre le périmètre des domaines couverts à la débitmétrie des hydrocarbures par la signature d'un contrat d'association entre le LNE, en tant que pilote de la métrologie française, et la société TRAPIL en novembre 2006. Dans le cadre de cette association, les installations de débitmétrie constituées de deux tubes étalon de 2 500 L et 10 000 L situées dans les laboratoires de la société TRAPIL à Gennevilliers deviennent des références nationales.

### 2. LNE-INM

#### 2.1. Maintien à niveau des références

L'année 2006 a été marquée par la concrétisation de la prise de possession des nouveaux locaux du LNE-INM sur le site du Landy situés à la Plaine-Saint-Denis (93). Malgré les contraintes liées au démontage des manipulations, au déménagement, au remontage et à la requalification des expériences, les nouvelles salles de manipulation offrent un espace nouveau et des conditions de travail globalement meilleures que celles dans les locaux, historiques, mais peu adaptés à des activités de recherche, de la rue Saint Martin à Paris.

Ce déménagement a été l'occasion d'apporter des améliorations à certains dispositifs dédiés à la métrologie des masses au LNE-INM, dont par exemple :

- un nouveau châssis et une chambre noire ont été réalisés pour installer le rugosimètre optique, et son programme d'acquisition a été amélioré ;
- une nouvelle enceinte étanche a été réalisée pour recevoir le futur comparateur de masses/forces multifonction ;

- le dispositif de TDS a été équipé d'un nouveau spectromètre de masse de haute résolution ainsi que d'un système de refroidissement de la chambre d'analyse (circulation d'éthanol réfrigéré et d'azote liquide). En préalable aux modifications, une étude de l'influence du nettoyage a été effectuée sur deux échantillons d'Alacrite XSH. Les résultats sont en accord avec ceux obtenus en 2005, ce qui a permis de qualifier l'installation suite à son déménagement.

#### 2.2. Étude de surface des étalons de masse par réflectométrie X

Les travaux menés en 2006 ont consisté à s'intéresser aux mesures de la diffusion X hors plan d'incidence pour, d'une part étendre le domaine des fréquences spatiales accessibles et, d'autre part relever les éventuels défauts dont la diffusion est négligeable devant la composante spéculaire. En effet, les mesures réalisées jusque là dans le plan d'incidence ne permettaient pas d'accéder à des fréquences spatiales inférieures à  $5 \cdot 10^{-3} \mu\text{m}^{-1}$ . Cette limitation est due au fait que la diffusion des structures « basses fréquences » est atténuée, voire « masquée », par la composante spéculaire. Un des moyens pour s'affranchir de cette difficulté est de réaliser les mesures de diffusion hors du plan d'incidence. Pour cela, un berceau goniométrique a été ajouté au porte échantillon, rendant ainsi possible une inclinaison de la surface d'un angle variable par rapport au plan horizontal. En procédant de la sorte on dévie plus ou moins la composante spéculaire du plan de détection, minimisant ainsi son intensité par rapport aux composantes diffuses. Cette nouvelle configuration a été employée pour caractériser plusieurs échantillons (silicium et Alacrite puis chrome et iridium polis au LNE-INM). En conclusion, la procédure mise au point permet d'étendre le domaine des fréquences spatiales accessibles jusqu'à des valeurs limites normalisées, et surtout de révéler les structures superficielles existantes masquées par la composante spéculaire dans le cas des mesures dans le plan d'incidence. L'adjonction au dispositif actuel d'un détecteur CCD permettra la mesure simultanée de la diffusion dans et hors plan d'incidence. Ce capteur servira également dans les réglages et les mesures relatives aux parties cylindriques d'un étalon dans des applications ultérieures.

### 3. LNE/CMSI

#### 3.1. Masse

L'étude entreprise en collaboration avec le laboratoire de métrologie chimique du LNE/CMSI, sur la détermination de la masse volumique de l'air par la formule du CIPM comparée à celle obtenue par la méthode gravimétrique, a été menée à bien. Il en ressort que la masse volumique de l'air calculée à partir de la formule du CIPM, en ajoutant la mesure de la fraction molaire d'argon déterminée par le laboratoire de métrologie chimique, conduit à une cohérence meilleure que  $2 \cdot 10^{-5}$  entre les deux méthodes et est en accord avec les résultats obtenus par le KRISS et le BIPM. Deux publications sur le sujet ont été proposées à la revue *Metrologia*.

Le LNE/CMSI a entrepris de réaliser et d'étalonner un jeu de 18 micro-étalons de masse de valeurs nominales comprises entre 100  $\mu\text{g}$  et 900  $\mu\text{g}$  alors que la plus petite masse commercialisée aujourd'hui est de 1 mg. Une fois qualifiés, les micro-étalons ont été utilisés pour caractériser les écarts de sensibilité de deux comparateurs de masse du LNE/CMSI dont le M-One (fig. 1) qui est utilisé pour le transfert de l'étalon de platine iridié (Pt 35), prototype national du kilogramme, aux étalons en acier inoxydable ou en superalliage métallique.

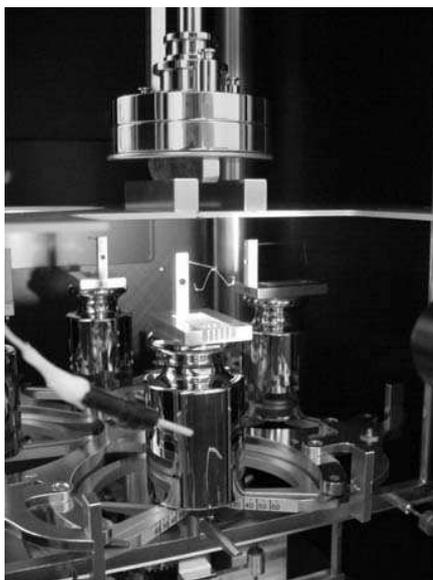


Fig. 1. – Détermination de l'écart de sensibilité du comparateur M-One ; Au premier plan, sur le porte-masse, sont placés une masse de 500 g avec un chariot sur lequel est suspendu un micro étalon de 800  $\mu\text{g}$ . Au-dessus, sur le plateau supérieur, sont placées les tares complétant la charge sur la cellule de pesée.

#### 3.2. Force et couple

Le programme de développement des références de couple a été poursuivi. La pré-réception du banc de référence de 50 N·m a été finalisée. Le banc a été démonté en vue de son transfert dans le laboratoire de métrologie des couples à Paris. Pendant le remontage, les opérations

d'étalonnage et d'ajustage final des masses ont été menées. Parallèlement, le processus d'étalonnage et d'ajustage du bras a été approfondi. Il est en cours d'application. L'intégration finale du banc sur Paris sera effectuée en 2007. Les chaînes de masses pour l'extension du banc 50 N·m vers les petits couples (banc de référence 5 N·m) ont été réalisées en 2006 ainsi que les supports de rangement associés (fig. 2).

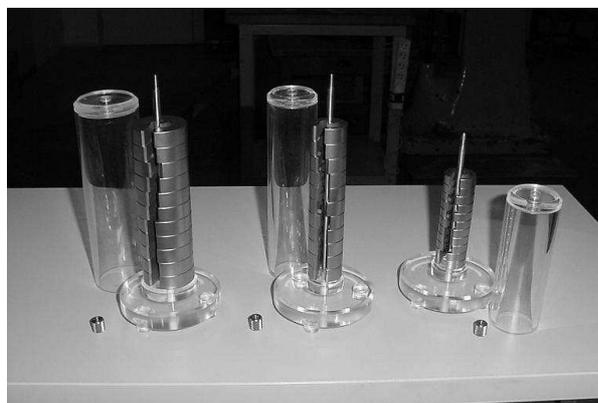


Fig. 2. – Chaînes de masses 5 N·m, 2 N·m et 1 N·m.

#### 3.3. Pression

Le développement du fluxmètre destiné à la mesure du flux de gaz en amont de l'installation d'ultravide pour réaliser des étalonnages par la méthode d'expansion dynamique a été poursuivi. La conception finale du fluxmètre a été arrêtée. Les dessins des pièces mécaniques ont été mis au point. La solution retenue consiste à asservir le déplacement de pistons dans un volume de manière à compenser la variation de pression engendrée par le flux entrant dans l'installation d'ultravide. Une maquette a été réalisée pour tester l'étanchéité du passage de l'axe destiné à commander le déplacement des pistons. Des améliorations successives ont été apportées pour atteindre l'objectif qui avait été fixé dans le cahier des charges.

Concernant la référence nationale entre 0 Pa et 15 kPa, constituée d'un manomètre numérique à piston non rotatif (FPG), le domaine de mesure a été étendu vers le bas jusqu'à 0,5 Pa avec la mise en place d'un groupe de pompage moléculaire. Cette référence intervient dans le domaine des basses pressions absolues ou la chaîne d'étalonnage est définie à partir de cette référence et de capteurs capacitifs ainsi que de capteurs à viscosité. La figure 3 résume les domaines couverts par ces instrumentations. Par ailleurs, les travaux effectués en 2005 portant sur la correction de transpiration thermique appliquée aux capteurs capacitifs avaient montré les difficultés pour modéliser ce phénomène. Afin d'améliorer les connaissances pour définir la chaîne d'étalonnage dans le domaine du vide, une comparaison a été réalisée en 2006 entre ces trois instrumentations sur leur domaine de mesure commun (fig. 3).

Cette étude, mettant en jeux trois technologies, a permis de montrer la très bonne linéarité et la cohérence

des trois instruments dans une gamme de pression qui est à la base de la chaîne « vide » du laboratoire. Elle a également permis de développer de nouvelles méthodes liées à la détermination de la température de régulation des capteurs capacitifs et de conforter dès lors dans l'estimation des incertitudes. Elle a enfin permis de baisser de façon significative la borne minimale de l'étendue de mesure du manomètre à piston non rotatif.

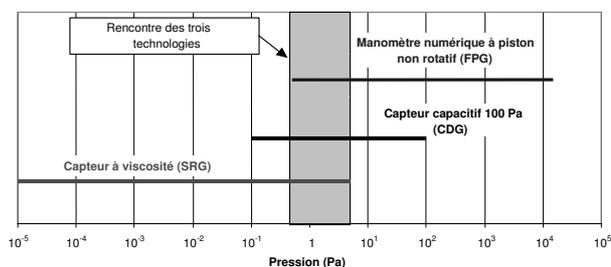


Fig. 3. – Structure de la chaîne des basses pressions absolues.

Concernant la mise en œuvre d'une référence nationale dans le domaine de 1,5 MPa à 50 MPa, le calcul du coefficient de déformation par la méthode des éléments finis des ensembles piston-cylindre a été développé pour le cas d'un jeu idéal de forme cylindrique à pression nulle. Un budget d'incertitudes, identique à celui qui avait été effectué pour les ensembles d'étendue de mesure 200 MPa et 1 GPa a été réalisé. La part de chaque composante dans le résultat final a été évaluée. Le premier raccordement d'un ensemble piston-cylindre du domaine 6 MPa à 200 MPa par comparaison avec deux ensembles 50 MPa a été effectué.

Une référence dans le domaine de l'étalonnage et de la caractérisation des fuites de gaz à effet de serre a été développée en coopération avec l'École des Mines de Paris. Le banc d'étalonnage de fuites de gaz R134a ou CO<sub>2</sub> a été conçu et réalisé. Le principe consiste à mesurer la variation de concentration du gaz émis par la fuite dans de l'air contenu dans un volume d'accumulation connu. Parallèlement, une méthode de détermination du volume de la cellule d'accumulation a été mise au point. Une coopération avec l'INRIM pour étudier le comportement des fuites en fonction de la nature du gaz et de la pression en aval a été initiée dans le cadre du projet Euromet n° 911.

### 3.4. Acoustique

Les travaux conduits en 2006 ont permis d'améliorer les références pour l'étalonnage primaire des microphones :

- l'enceinte dans laquelle prennent place microphones et cavité lors de l'étalonnage en cavité par réciprocity a été améliorée : celle-ci permet maintenant de stabiliser la pression entre 500 hPa et 1 500 hPa ; cette amélioration permet par exemple la détermination expérimentale des coefficients d'influence de la pression sur l'efficacité des microphones ;
- le banc d'étalonnage des microphones par la méthode de réciprocity en champ libre a fait l'objet de travaux

d'amélioration. Un des axes majeurs d'amélioration a consisté à diminuer la diaphonie entre les signaux issus du microphone émetteur et ceux issus du microphone récepteur. Pour cela les câblages ont été modifiés et la chaîne réceptrice a été rendue externe à l'appareil de mesure utilisé. Cette amélioration a permis de réduire la diaphonie et, de plus, d'améliorer le gain de 20 dB dans la chaîne réceptrice par rapport à la situation initiale. Enfin les logiciels d'acquisition ont été adaptés pour tenir compte de ces modifications.

### 3.5. Accélérométrie

L'accréditation par le Cofrac a été obtenue en juillet 2006 pour le banc de vibration sinusoïdale en moyenne fréquence transféré en 2005. Une comparaison inter laboratoire a été initiée avec la PTB. Les raccordements des laboratoires ont repris pour le domaine concerné. En parallèle la constitution d'un nouveau banc (fig. 4) a été effectuée pour assurer la pérennité de la référence. Il sera qualifié en 2007 et permettra de réaliser une extension vers les basses fréquences, pour lesquelles il existe des besoins non couverts actuellement.

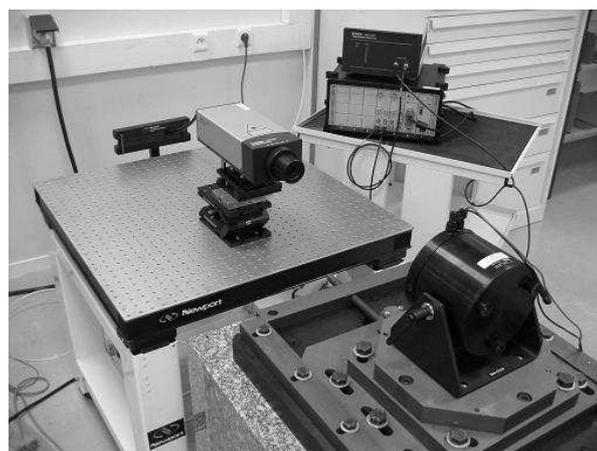


Fig. 4. – Installation au LNE du nouveau banc d'accélérométrie vibratoire.

## 4. LNE-ENSAM/LMD : Pression dynamique

Les travaux visant à étendre les possibilités vers des pressions supérieures à 1 MPa ont été poursuivis. Cette extension nécessite le développement d'un tube à choc de référence de grande dimension pour assurer la liaison entre les tubes à choc existants et les dispositifs à ouverture rapide. Ce travail est effectué en collaboration avec l'Université de Brasilia (UnB). Une maquette basse pression du tube à choc a été réalisée à l'ENSAM-Paris et des essais ont montré qu'une longueur de 15 m est acceptable pour avoir un domaine de comparaison en fréquence suffisant. Une thèse en cotutelle avec l'UnB portant sur l'extension des performances de l'étalonnage dynamique vers les hautes pressions a été entamée. Le travail actuel porte sur la définition des procédures d'étalonnage communes entre les deux laboratoires et sur

l'évaluation de l'impact des hautes pressions sur le calcul d'incertitudes.

## 5. LNE-LADG : Débitmétrie gazeuse

Les travaux menés en 2006 constituent une partie d'un vaste programme de modernisation, de rénovation et d'innovation mené par le LNE-LADG afin de conforter la position du laboratoire, poursuivre et promouvoir dans les meilleures conditions le processus d'harmonisation PTB-NMi-LNE des valeurs de référence.

L'amélioration du banc de référence « Piscine » à Alfortville a été poursuivie par la mise en place d'un nouveau dispositif de mesure de la masse volumique, et, après la mise en place de nouvelles vannes amont et aval par diverses modifications : de la régulation et du pilotage, des conduites avec une nouvelle détermination de leurs volumes, etc. L'entretien général du banc et sa mise en conformité « Atex » ont également été réalisés en totalité. Un nouvel exutoire et un nouveau compresseur ont été mis en place. Concernant le banc haute pression à Poitiers, la dernière phase de modernisation du système de supervision et de contrôle a été réalisée. L'installation est à présent pleinement opérationnelle. D'autre part, une vaste campagne d'étalonnage des tuyères a été effectuée et les calculs d'incertitudes ont été remis à plat pour l'ensemble des bancs.

Concernant le processus d'harmonisation, la prise en compte des résultats des comparaisons KC5a et KC5b a été poursuivie : de premiers coefficients pondérateurs et les incertitudes associées ont été déterminés. L'annexe du protocole d'harmonisation a été finalisée. Diverses actions de communication ont été effectuées au sujet du processus d'harmonisation.

## 6. LNE-CETIAT

### 6.1. Débitmétrie liquide

Afin de limiter le risque d'erreurs sur la détermination de la masse volumique du fluide d'étalonnage, une cuve à ultrasons a été mise en place. Celle-ci permet le dégazage de l'échantillon de liquide avant son injection dans un densimètre à tube vibrant.

L'étude visant à réduire l'erreur due au basculement des partiteurs de débit du banc d'étalonnage gravimétrique a été poursuivie (la composante d'incertitude provenant du partiteur actuel pouvant atteindre 75 % de l'incertitude associée à la masse d'eau pesée). Un prototype de partiteur rotatif a été réalisé en 2006. La caractérisation des performances de celui-ci révèle des insuffisances aux plus fortes valeurs de débits. Des modifications sont actuellement apportées au prototype afin d'en optimiser le fonctionnement.

### 6.2. Anémométrie

L'Anémomètre Doppler Laser (ADL) est utilisé comme instrument de référence pour l'étalonnage des anémomètres par un nombre de plus en plus important de laboratoires de métrologie du fait de sa qualité métrologique. Ce type d'appareil est utilisé sur les deux bancs de référence du LNE-CETIAT. La traçabilité des mesures nécessite de mesurer l'interfrange à l'intersection de deux faisceaux laser de l'ADL. En 2006, un nouveau dispositif basé sur un disque tournant a été étudié. Celui-ci est en cours de réalisation par la société allemande ILA et devrait être réceptionné au premier semestre 2007. Il permettra d'améliorer la maîtrise de l'interfrange des références du laboratoire et de raccorder les systèmes ADL des utilisateurs.