

Comparaison entre la balance de pression absolue et le manomètre à colonne de mercure du LNE

Comparison between the absolute pressure balance and the mercury manometer of LNE

Pierre OTAL, Denis HAREL et Jean-Claude LEGRAS

Laboratoire national de métrologie et d'essais (LNE), 1 Rue Gaston Boissier, 75724 Paris Cedex 15, France, pierre.otal@lne.fr.

Résumé

Cet article présente les résultats d'une comparaison entre la balance de pression absolue et le manomètre à colonne de mercure du LNE. Le manomètre à colonne de mercure était précédemment maintenu à l'Institut National de Métrologie (INM) au CNAM. Les caratéristiques environnementales et métrologiques de cet étalon sont décrites en détail ainsi que celles de la balance de pression de transfert utilisée pour cette comparaison. Les résultats de la comparaison effectuée en pression absolue entre ces deux étalons, en complément de celle qui avait été réalisée dans le passé en pression relative à l'INM, sont exposés. Ils confirment que les deux technologies mises en œuvre pour matérialiser l'unité de pression sont cohérentes. Ils confortent la balance de pression installée au LNE dans son rôle d'étalon primaire.

MOTS CLÉS : MANOMÈTRE À COLONNE DE MERCURE, BALANCE DE PRESSION, ÉTALON PRIMAIRE DE PRESSION.

Abstract

This paper presents the results of a comparison between the absolute pressure balance and the mercury manometer of LNE. The mercury manometer was formerly conserved at the INM. The environmental and metrological features of this standard are described in detail as well as those of the piston gauge used for this comparison. The results of the comparison in absolute pressure between both standards, in addition to the one carried out previously in gauge mode at the INM, are presented. The consistency of the two techniques developed in order to materialise the pressure unit is confirmed. The role of the LNE absolute pressure balance as primary standard is strengthened by these results.

<u>KEY WORDS</u>: MERCURY MANOMETER, DEAD-WEIGHT TESTER, PISTON GAUGE, PRIMARY PRESSURE STANDARD.

1. Introduction

L'unité de pression, le pascal (Pa), est la pression uniforme qui, agissant sur une surface plane de 1 m², exerce perpendiculairement à cette surface, une force de 1 N. La balance de pression et le manomètre à colonne de liquide permettent de mesurer une pression à partir de cette définition, se raccordant, dès lors, aux grandeurs de base du Système international d'unités : masse, longueur et temps.

Dans le cas de la balance de pression, la force gravitationnelle exercée par une masse m placée sur la tête d'un piston et soumise à l'accélération de la pesanteur g, est équilibrée par la pression p agissant sur la surface S de la base du piston :

$$p = \frac{m \cdot g}{S}$$

Dans le cas du manomètre à colonne de liquide, la pression à mesurer est équilibrée par le poids d'une colonne de liquide de hauteur *h* et de masse volumique ρ :

$$p = \rho \cdot g \cdot h$$

L'INM (CNAM) a développé, dans les années 1960, un manomètre à colonne de mercure et le LNE utilise, depuis une trentaine d'années, des balances de pression comme références [1]. En 1986, une comparaison a été effectuée, en pression relative, entre le même manomètre à colonne de mercure de l'INM et la référence nationale de pression relative du LNE [2]. Les résultats étaient très satisfaisants et avaient conduit à s'interroger sur les avantages réciproques des deux types d'instruments en tant qu'étalons de pression [3].

Il restait à démontrer la possibilité d'utiliser une balance de pression comme référence de pression absolue. Ces dernières années, le LNE a mené des études qui ont abouti à la réalisation de la référence nationale de pression absolue APX [4,5].

En 1999, le Bureau national de métrologie (BNM) a décidé de transférer le manomètre à colonne de mercure de l'INM (alors dénommé BNM-INM) au LNE (alors BNM-LNE). Ces étalons sont complémentaires et l'intérêt de leur comparaison réside dans la confirmation de la cohérence des mesures effectuées selon des principes physiques différents.

Afin de pouvoir juger de la cohérence de ces deux étalons de pression absolue, une comparaison a été faite en 2002. Cette comparaison a été effectuée, entre 10 kPa et 100 kPa, par l'intermédiaire d'un étalon de transfert, une balance de pression de type PG7607.

2. Description des étalons

2.1. Le manomètre à colonne de mercure

Le manomètre à colonne de mercure, dont le schéma synoptique et une photographie sont reportés en figure 1, a été développé à l'INM sur la base d'un manomètre Ideal Aerosmith [6]. Il est constitué d'une cuve fixe et d'une cuve mobile, reliées entre elles par un serpentin souple. Une pompe à vide permet de maintenir la cuve mobile à une pression voisine de la pression de vapeur saturante du mercure. La pression (p) à mesurer, appliquée sur la cuve fixe, est équilibrée par une colonne de mercure créée par le déplacement de la cuve mobile. Sur chacune des cuves, une électrode est placée de façon à former un condensateur plan avec le ménisque de mercure. Un pont capacitif permet de contrôler le niveau de mercure dans chacune des cuves.

Le principe de la mesure consiste à appliquer, dans un premier temps, la même pression résiduelle dans les deux cuves. Dans ces conditions, la hauteur de la cuve mobile est réglée de manière à obtenir le même niveau de mercure dans les deux cuves. Dans un deuxième temps, une pression supérieure à la pression résiduelle est appliquée sur la cuve fixe. La cuve mobile est alors élevée pour obtenir, dans les deux cuves, le même niveau de mercure que lors de la première étape. La différence de niveaux (*h*) entre les deux ménisques correspond au déplacement de la cuve mobile. Ce dernier est mesuré à l'aide d'un système interférométrique dont l'un des coins de cube est solidaire de la cuve mobile.



Fig. 1. – Le manomètre à colonne de mercure du LNE.

2.1.1. Calcul de la pression

La pression p mesurée par le manomètre à colonne de mercure à son niveau de référence est calculée d'après la formule (1) :

$$p = \rho \cdot g \cdot h + Cv + Ca \tag{1}$$

où : p est la pression absolue (en Pa) ;

 ρ est la masse volumique du mercure (en kg·m⁻³) ; g est l'accélération de la pesanteur (en m·s⁻²) ;

h est la dénivellation comptée verticalement entre les surfaces libres du mercure (en m) ;

Cv est la correction de pression résiduelle appliquée dans la cuve de référence (en Pa) ;

Ca est la correction de colonne gazeuse due à la différence de hauteur entre les niveaux de référence des deux étalons (en Pa).

La masse volumique du mercure s'exprime à partir de la formule [7] ;

$$\rho(t, p) = \frac{\rho(20^{\circ}C, p_0)}{[1 + A(t - 20) + B(t - 20)^2] \times [1 - \chi(p - p_0)]}$$
(2)

où $\rho(t, p)$ est la masse volumique moyenne du mercure dans une colonne manométrique supportée par la pression p à mesurer et dont la température, exprimée en degré Celsius, est t;

 $\rho(20 \text{ °C}, p_0)$ est la masse volumique du mercure à 20 °C sous la valeur conventionnelle de pression atmosphérique de 101 325 Pa.

Les coefficients de l'équation (2) ont les valeurs suivantes, déterminées lors de précédentes études menées par l'INM [6, 8] :

 $ρ (20 °C, p_0) = 13,545 867 \cdot 10^3 \text{ kg·m}^{-3};$ $A = 18 115 \cdot 10^{-8} °C^{-1};$ $B = 0,8 \cdot 10^{-8} °C^{-2};$ $\chi = 4 \cdot 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$ (coefficient de compressibilité du

2.1.2. Environnement

mercure).

En raison de l'important coefficient de dilatation du mercure (en valeur relative environ $2 \cdot 10^{-4} \text{ °C}^{-1}$), la maîtrise des paramètres d'environnement du manomètre à colonne de mercure est déterminante.

Celui-ci a été installé en sous-sol dans un laboratoire contigu à celui des balances de référence de pression absolue. Ce laboratoire est équipé d'une climatisation régulée à une température de $(20,0 \pm 0,2)$ °C et à une humidité relative de (50 ± 5) %HR. Un sas d'entrée a été installé, ainsi qu'une évacuation des vapeurs des pompes à vide.

Le manomètre à colonne de mercure est placé dans une enceinte afin de l'isoler des principales sources de chaleur : pompes à vide, manomètres capacitifs, baie électronique. Une attention particulière a été apportée à l'isolement thermique par rapport au sol. Une première étude a montré que le sol introduisait la plus grande part du gradient thermique entre la base et le haut du manomètre : un espace a été aménagé entre l'enceinte fermée et le sol afin de permettre une circulation de l'air régulé.

Le gradient de température le long de la colonne a été estimé par une méthode de permutation des thermomètres, similaire à celle utilisée pour la mise en œuvre d'une double pesée. La cuve mobile étant placée à environ 50 cm au-dessus de la cuve fixe, nous avons permuté circulairement huit sondes de température en nous plaçant dans les conditions de fonctionnement. Les résultats de l'étude ont montré qu'il demeure toujours un gradient thermique entre la base et le haut du manomètre, l'écart de température $T_{\text{cuvemobile}} - T_{\text{cuvefixe}}$ étant compris, suivant les cycles, entre quelques millièmes de kelvin et 0,06 K.

2.1.3. Mesure de la température

La température du mercure est mesurée à l'aide de deux sondes à résistance de platine Pt 100 placées dans le doigt de gant de chaque cuve et de trois thermistances disposées le long du serpentin.

Lors de la comparaison, la température moyenne du mercure a été calculée à partir de la moyenne arithmétique des 5 mesures. La variation de température par cycle de mesure est typiquement de 0,2 °C et les gradients de température constatés sont de l'ordre de 0,10 °C, environ deux fois supérieurs à ceux déterminés lors de l'expérience par permutation circulaire.

Les sondes à résistance de platine Pt100 ont été étalonnées avec une incertitude élargie de 0,008 °C, et les thermistances avec une incertitude de 0,012 °C. L'incertitude sur la température moyenne est estimée de manière conservatrice à 0,05 °C.

2.1.4. Mesure de la hauteur de la colonne de mercure

Comme il a été précisé plus haut, la différence de niveau entre les deux cuves est déterminée à partir d'un système composé d'un dispositif interférométrique et d'un pont capacitif.

Le déplacement de la cuve mobile est mesuré à l'aide d'un interféromètre laser Hewlett Packard de type 5528A, avec une résolution de 0,01 μ m. La longueur d'onde λ dans le vide de la source laser a été étalonnée avec une incertitude relative inférieure à 5.10⁻⁹. L'étalonnage de l'interféromètre a montré des écarts inférieurs à 0,14 µm avec une incertitude sur la distance mesurée D de $0,15 \,\mu\text{m} + 1 \cdot 10^{-7} \times D, D$ étant exprimée en micromètre. L'indice de l'air, pour une température de 20 °C, une humidité relative de 50 % et une pression de 101 325 Pa, est introduite dans l'interféromètre. En raison des conditions de régulation en température et en humidité du laboratoire, cet indice est uniquement corrigé de la valeur de la pression atmosphérique P, mesurée avec une incertitude de 1 hPa, à partir de l'équation d'Edlen simplifiée (3).

$$n = 1 + \frac{0.776 \times P}{293,15} \times (1.0 \times 10^{-6} + \frac{7.52 \times 10^{-15}}{\lambda})$$
(3)

L'erreur relative sur l'indice de l'air est alors inférieure à $5 \cdot 10^{-7}$.

Concernant les niveaux de mercure dans les deux cuves, le dispositif de détection capacitive permet d'ajuster la cuve mobile avec une résolution de $0,1 \ \mu m$.

D'autre part, afin de tenir compte des dérives de ce système de mesure et d'éliminer diverses erreurs systématiques, un zéro est effectué une à deux fois par cycle, en fonction de l'évolution de la température, en ramenant la cuve mobile au niveau de la cuve fixe. L'incertitude élargie (k = 2) sur la mesure de la hauteur de la colonne de mercure, pour un déplacement D de la cuve mobile compris entre 76 mm et 760 mm, est estimée à 0,41 µm + 2,7·10⁻⁷ × D, D étant exprimée en micromètre. Cette composante correspond à une incertitude sur la pression de 0,055 Pa + 2,7·10⁻⁷ × p, pétant exprimée en pascal.

2.1.5. Mesure de la pression résiduelle

Le pompage est effectué à l'aide d'une pompe à palettes de débit 21 m³·h⁻¹. La pression résiduelle régnant dans la cuve mobile est très stable en raison du pompage permanent (de l'ordre de 0,26 Pa). Celle-ci varie de quelques centièmes de pascal sur toute la durée de la comparaison. Elle est proche de la tension de vapeur saturante du mercure à température ambiante qui est de 0,17 Pa environ.

La mesure de la pression résiduelle est effectuée grâce à un manomètre capacitif à membrane dont l'incertitude élargie est estimée à 0,10 Pa.

2.1.6. Récapitulatif des caractéristiques techniques du manomètre à mercure

Le tableau 1 présente les principales caractéristiques techniques du manomètre à colonne à mercure dans les conditions d'utilisation au LNE.

2.1.7. Incertitude de mesure du manomètre à mercure

Les incertitudes de type A sont estimées à partir des écarts types expérimentaux observés lors des cinq cycles de mesure de la comparaison.

L'incertitude type calculée par des méthodes de type B sur la pression mesurée par le manomètre à mercure dans les conditions de la comparaison est estimé par la méthode de la corde, entre 10 kPa et 100 kPa, à :

 $0,030 \text{ Pa} + 5,5 \cdot 10^{-6} \times p, p$ étant exprimée en pascal.

Les composantes intervenant dans l'estimation de cette incertitude sont décrites dans le tableau 2.

Tableau 1 Caractéristiques techniques du manomètre à colonne de mercure.

Étendue de mesure	De quelques pascals à 110 kPa		
Nature du mercure	hexadistillé		
Résolution du dispositif déterminant la hauteur de la colonne	0,1 µm		
Gradient de température le long de la colonne	< 0,06 °C		
Nombre de capteurs de température	5		
Pression résiduelle	0,26 Pa		

2.2. La balance de pression de transfert

2.2.1. Principe d'une balance de pression

Le principe de la balance de pression est basé sur la définition de l'unité de pression établie comme le quotient d'une force par une surface.

La pression à mesurer p est appliquée à la base d'un ensemble piston-cylindre dont l'un des deux éléments se déplace librement. La force verticale créée par cette pression est équilibrée par le poids des masses m déposées sur l'élément mobile. Le piston ou le cylindre est mis en rotation afin d'éliminer les frottements entre les deux pièces.

Source d'incertitude	Incertitude élargie	Loi de distribution	Incertitude type $u(x_i)$	Coefficient de sensibilité <i>C_i</i>	Incertitude type sur la pression (en Pa) $u(p) = C_i \times u(x_i)$	
Méthode type B						
B1 : Masse volumique du mercure	$4 \cdot 10^{-6} \times \rho$	normale	$2 \cdot 10^{-6} \times \rho$	$g \times h$	$2 \cdot 10^{-6} \times p$	
B2 : Accélération de la pesanteur	$5 \cdot 10^{-8} \times g$	normale	$2,5\cdot10^{-8}\times g$	$ ho_{ m Hg} imes h$	$2,5\cdot10^{-8} \times p$	
B3 :Température du mercure	0,05 °C	uniforme	0,03 °C	$-\mathbf{A} \times p$	$5,5\cdot 10^{-6} \times p$	
B4 : Hauteur de la colonne d'azote	2 mm	normale	0,001 m	$\rho_{\rm gaz} imes g$	$0,11 \cdot 10^{-6} \times p$	
B5 : Hauteur de la colonne de mercure	$0,41 \ \mu\text{m} + 2,7 \cdot 10^{-7} \times \text{h}$ (<i>h</i> en micromètre)	normale	$0,20 \ \mu\text{m} + 1,3 \cdot 10^{-7} \times h$ (<i>h</i> en micromètre)	$ ho_{\mathrm{Hg}} imes gph^{-l}$	$0,027 + 1,3 \cdot 10^{-7} \times p$	
B6 : Verticalité du faisceau laser	1.10^{-3} rad	uniforme	5,8 10 ⁻⁴ rad	$\sin \Theta \times p$	$0,33 \cdot 10^{-6} \times p$	
B7 : Mesure du vide	0,10 Pa	normale	0,050 Pa	1	0,050	
Incertitude type = $0,030 \text{ Pa} + 5,5 \times 10^{-6} \times p$ (<i>p</i> en pascal)						

 Tableau 2

 Incertitude type estimée par une méthode de type B sur la pression mesurée par le manomètre à colonne de mercure.

Un ensemble piston-cylindre se caractérise en premier lieu par sa surface *S* appelée section effective. Elle est déterminée par comparaison en pression avec un autre ensemble piston-cylindre ou bien à l'aide de mesures dimensionnelles afin de définir la pression de manière fondamentale [9].

Les mesures dimensionnelles consistent à mesurer les diamètres des deux éléments suivant plusieurs directions et plusieurs plans. Ces mesures sont complétées par des mesures d'écarts de rectitude et de circularité. L'incertitude relative sur la section effective déterminée par mesures dimensionnelles est de l'ordre de $5 \cdot 10^{-6}$ pour les meilleurs étalons.

2.2.2. La balance de transfert utilisée

La balance de pression de transfert (fig. 2), de type PG7607, fabriquée par DH Instruments, est équipée d'un ensemble piston-cylindre de coefficient normal de conversion 5 kPa·kg⁻¹, équivalent à une section effective voisine de 20 cm², soit un diamètre de 50 mm.

Cet ensemble est composé d'un cylindre en céramique tournant librement autour d'un piston en carbure de tungstène. Munie d'un jeu de masse de 40 kg, cette balance permet des mesures de pression absolue et relative de 2,5 kPa à 200 kPa.

Elle est installée au LNE depuis plus de 10 ans. Elle est étalonnée périodiquement, par comparaison avec la référence nationale de pression absolue fonctionnant dans le domaine de 10 kPa à 1 000 kPa.



Fig. 2. - La balance de pression de transfert.

2.2.3. Calcul de la pression.

La pression absolue mesurée par la balance de pression à son niveau de référence est calculée d'après la formule (4) :

$$p = \frac{\sum_{i} \left[m_{i}g\left(1 - \frac{\rho_{a}}{\rho_{mi}}\right) \right]}{S_{0}\left[1 + \left(\alpha_{p} + \alpha_{c}\right)\left(t - 20\right)\right]\left(1 + \lambda p\right)} + \mu \quad , \tag{4}$$

où *p* est exprimée en Pa ;

 m_i (en kg) est la masse réelle d'ordre *i* appliquée sur le piston ;

g (en m·s⁻²) est l'accélération de la pesanteur au lieu d'utilisation de la balance ;

 S_0 (en m²) est la section effective à la température de 20 °C et à pression nulle de l'ensemble pistoncylindre ;

 α_p et α_c (en °C⁻¹) sont les coefficients de dilatation linéiques des matériaux respectivement du piston et du cylindre ;

t (en °C) est la température de l'ensemble pistoncylindre ;

 λ (en Pa⁻¹) est le coefficient de déformation de l'ensemble piston-cylindre ;

 μ (en Pa) est la pression résiduelle dans la cloche.

La mesure de la pression résiduelle régnant dans la cloche est réalisée à l'aide d'un manomètre capacitif à membrane.

Le coefficient de dilatation de l'ensemble pistoncylindre ($\alpha_p + \alpha_c$) a été mesuré au LNE en plaçant la balance dans une enceinte climatique et en la comparant, pour plusieurs températures, à une balance maintenue à 20 °C. Il vaut 9,7·10⁻⁵ °C⁻¹. Ce résultat est en accord à mieux que 1 % avec les mesures des coefficients de dilation linéiques faites par mesures dimensionnelles au NPL et à la PTB sur des échantillons de matériaux fournis par les constructeurs.

La température de l'ensemble est mesurée à l'aide d'une sonde à résistance de platine. L'incertitude sur la mesure de la température est estimée à 0,2 °C.

2.2.4. Étalonnage de la balance de transfert

La section effective à pression nulle S_0 de l'ensemble piston-cylindre est déterminée par comparaison directe avec la référence nationale de pression absolue « APX » du LNE. La valeur de la section retenue a été obtenue à partir d'un étalonnage en pression absolue réalisé juste avant la comparaison avec le manomètre à colonne à mercure. La valeur est de 1 961,119 3 mm². Le coefficient de déformation a été déterminé par un calcul simple de résistance des matériaux. Il est de 1,07·10⁻¹¹ Pa⁻¹. Une incertitude élargie de 10 % sur ce coefficient de déformation, estimée à partir des études faites à haute pression, conduit à une incertitude négligeable sur la pression. L'incertitude type sur la section effective est estimée à $5,5 \cdot 10^{-6} \times S_0$. Le coefficient de déformation est utilisé comme terme correctif pour déterminer la section effective à pression nulle.

Une synthèse des étalonnages de la balance de transfert réalisés depuis 2001 a été effectuée (fig. 3) : les écarts relatifs de section effective par rapport à la moyenne des sept déterminations sont représentés en fonction de la date d'étalonnage. Les incertitudes types relatives sur la détermination de la section effective s'échelonnent de $3,8\cdot10^{-6}$ à $5,5\cdot10^{-6}$.

Quatre étalonnages en pression relative et trois en pression absolue ont été réalisés. La moyenne de l'ensemble des déterminations est de 1 961,119 0 mm², avec un écart type relatif de la moyenne de $5,5\cdot10^{-7}$.

L'écart relatif de la valeur de référence qui a été retenue pour cette comparaison, par rapport à la valeur moyenne est de $1,5 \cdot 10^{-7}$.



Fig. 3. – Section effective de la balance de transfert dans le temps.

Pour information, l'écart relatif entre les valeurs moyennes de section effective, obtenues en pression relative et en pression absolue, est de $1,1\cdot10^{-6}$ pour des écarts types de $3,6\cdot10^{-7}$ et $1,2\cdot10^{-6}$ respectivement. L'écart n'est pas significatif. Ce résultat était attendu car la part du jeu entre le piston et le cylindre dans la section effective totale est de l'ordre de $1,5\cdot10^{-5}$ pour cet

ensemble. En effet, le type d'écoulement du gaz dans le jeu est le seul paramètre qui puisse expliquer un écart significatif entre les deux modes de fonctionnement.

2.2.5. Estimation de l'incertitude de mesure de la balance de transfert

Les incertitudes de type A sont estimées à partir des écarts types expérimentaux observés lors des cinq cycles de mesure de la comparaison.

L'incertitude type déterminée par des méthodes de type B sur la pression mesurée par la balance de pression, dans les conditions de la comparaison, est estimée par la méthode de la corde, dans le domaine de 10 kPa à 200 kPa : $0.12 \text{ Pa} + 5.0 \cdot 10^{-6} \times p$ (*p* étant exprimée en Pa).

Les composantes intervenant dans l'estimation de cette incertitude sont décrites dans le tableau 3.

3. Protocole de la comparaison

La comparaison entre les deux étalons a consisté à comparer, en mode absolue, entre 10 kPa et 100 kPa, les pressions mesurées par les deux étalons en 5 cycles de 10 points réalisés indifféremment par valeurs croissantes ou décroissantes de la pression.

Nature de l'incertitude	Incertitude élargie	Loi de distribution	Incertitude type $u(x_i)$	Coefficient de sensibilité C_i	Incertitude type sur la pression (en Pa) $u(p) = C_i \times u(x_i)$
Méthode type B					
B1 : Masse	$1,5\cdot10^{-6} \times m$	normale	$0,75 \cdot 10^{-6} \times m$	p/m	$0,75 \cdot 10^{-6} \times p$
B2 : Accélération de la pesanteur	$5 \cdot 10^{-8} \times g$	normale	$2,5.10^{-8} \times g$	p/g	$2,5 \cdot 10^{-8} \times p$
B4 : Section effective	$1,1.10^{-5} \times S$	normale	$5,5.10^{-6} \times S$	- <i>p/S</i>	$5,5.10^{-6} \times p$
B5 : Coefficient de température (<i>t</i> -20) < 4 °C	$0,05 \times (\lambda_p + \lambda_c)$	normale $(k = 3)$	$0,017 \times (\lambda_p + \lambda_c)$	-(<i>t</i> -20) × <i>p</i>	$6,5 \cdot 10^{-7} \times p$
B6 : Température	0,2 °C	uniforme	0,12 °C	$-(\lambda_p + \lambda_c) \times p$	$1,1.10^{-6} \times p$
B7 : Coefficient de déformation	Négligeable				$4.10^{-8} \times p$ à 0,1 MPa
B8 : Colonne de fluide	2 mm	normale	0,001 m	$ ho_{ m gaz} imes g$	$0,11 \cdot 10^{-6} \times p$
B6 : Verticalité du piston	1.10^{-3} rad	uniforme	$5,8.10^{-4}$ rad	$\sin \Theta \times p$	$0,11 \cdot 10^{-6} \times p$
B10 : Mesure du vide	0,10 Pa	normale	0,05 Pa	1	0,05 Pa
B13 : Stabilité de la section (2 ans)	$4,0.10^{-6} \times S$	normale	$2,0.10^{-6} \times S$	- <i>p/S</i>	$2,0.10^{-6} \times p$
	Incertitude ty	ype = 0,12 Pa +	5,0·10 ^{−6} × <i>p</i> (<i>p</i> étant exp	rimée en pascal)	-

 Tableau 3

 Incertitude type estimée par une méthode de type B sur la pression mesurée par la balance de pression.

Pression balance <i>p</i> ₁ (kPa)	Pression colonne Hg <i>P</i> ₂ (kPa)	Différence de pression $p_1 - p_2$ (Pa)	Ecart type expérimental (Pa)	Différence de pression $p_{1-}p_{2}$ (×10 ⁻⁶ × p)	Ecart type expérimental $(\times 10^{-6} \times p)$	Incertitudes combinées élargie Type B (Pa)	Incertitudes combinées élargie Types A et B (Pa)
10,004 70	10,004 71	-0,01	0,37	-0,6	37	0,38	0,83
20,008 77	20,008 80	-0,03	0,47	-1,7	24	0,53	1,08
30,012 92	30,012 91	0,01	0,52	0,5	17	0,67	1,24
40,017 18	40,017 17	0,01	0,35	0,3	8,8	0,82	1,08
50,020 90	50,020 99	-0,09	0,30	-1,8	6,1	0,97	1,15
60,025 11	60,025 16	-0,05	0,40	-0,8	6,7	1,12	1,38
70,029 27	70,029 17	0,10	0,61	1,4	8,7	1,27	1,76
80,033 27	80,033 50	-0,23	0,55	-2,9	6,9	1,42	1,79
90,037 50	90,037 16	0,34	0,36	3,8	4,0	1,57	1,73
100,041 55	100,041 38	0,18	0,47	1,8	4,7	1,72	1,96

 Tableau 4

 Résultats de la comparaison balance de pression et du manomètre à colonne de mercure.

A chaque début de cycle nous procédons à un réglage du zéro du manomètre à mercure. Ensuite, pour chaque palier de pression, la procédure suivante a été appliquée :

- isolement des 2 étalons ;
- positionnement du niveau de mercure dans la colonne ;
- positionnement de la masse adéquate sur la balance de pression ;
- réalisation d'un vide de référence de 1 Pa à 3 Pa dans la cloche de la balance ;
- mise en rotation de la balance de transfert ;
- équilibrage de la pression pour chacun des deux étalons ;
- mise en communication des deux instruments ;
- ajustages itératifs des deux étalons de manière à maintenir la balance dans sa position d'équilibre et obtenir un même niveau de mercure dans les deux cuves;
- relevé des indications et paramètres d'environnement des deux instruments ;
- calcul des pressions pour chacun des deux étalons, ramenées au niveau de référence de la balance.

4. Résultats de la comparaison

Le tableau 4 donne, pour chaque point de pression, la valeur moyenne des pressions pour chacun des deux étalons, l'écart entre ces valeurs, et l'écart type expérimental sur ces valeurs. Il est également présenté la somme quadratique des incertitudes combinées de type B des deux étalons.

La figure 4 représente la courbe des écarts moyens entre les deux étalons ainsi que l'écart type expérimental sur les écarts.



Fig. 4. – Ecarts de pression entre les deux étalons et écarts types expérimentaux ; La répétabilité reportée pour la balance est l'écart type expérimental observé lors de la comparaison de 2 balances.

Les résultats montrent une bonne cohérence entre les deux étalons. L'écart maximum constaté est inférieur à 0,35 Pa en valeur absolue, et à $4 \cdot 10^{-6}$ en valeur relative. Ces écarts sont inférieurs aux incertitudes combinées de type B des deux étalons. Ils sont comparés à ceux constatés lors de la comparaison effectuée en pression relative (fig. 5), en 1986, entre le manomètre à mercure et une balance de pression [2].

A basse pression, les écarts sont inférieurs à ceux observés lors de la comparaison en pression relative, et démontrent une meilleure maîtrise des forces à faible charge appliquées sur le piston de la balance. C'est un des points qui avait été particulièrement étudié lors de la conception de la balance de pression absolue. Ce résultat démontre également une bonne maîtrise de la mesure du vide résiduel, aussi bien dans la cuve mobile du manomètre à colonne de mercure que dans la cloche à vide de la balance.



Fig. 5. - Comparaison des résultats de 1986 et 2002.

En ce qui concerne les écarts types expérimentaux, ils sont compris entre 0,3 Pa et 0,6 Pa. Ils sont deux à quatre fois plus importants que les écarts types observés lors de la comparaison de deux balances de pression absolue. Cette répétabilité, déterminée lors de comparaisons de la balance de transfert avec la référence nationale, a été représentée à titre comparatif sur la figure 4.

5. Conclusion

Les résultats de la comparaison en pression absolue réalisée entre le manomètre à colonne de mercure et une balance de transfert montrent que le LNE est parvenu à mettre en service de manière satisfaisante le manomètre à mercure. L'absence d'écarts systématiques significatifs entre ces deux étalons basés sur des principes physiques différents indique la cohérence des mesures de pression dans le domaine de pression à la base de toute la chaîne d'étalonnage.

La balance de pression étant d'un emploi plus facile que le manomètre à colonne de mercure, tout en nécessitant un environnement moins protégé et possédant une étendue de mesure plus large, les travaux de développement de la référence nationale de pression se font désormais uniquement sur la balance de pression. Il est encore possible d'améliorer l'incertitude des balances de pression et d'abaisser la borne minimale de leur étendue de mesure en développant des ensembles pistoncylindre de diamètre 80 mm.

Remerciements

Les auteurs remercient leurs collègues de l'Institut national de métrologie (actuellement nommé LNE-INM/CNAM) qui ont développé le manomètre à colonne de mercure pendant de nombreuses années, et tout particulièrement Christian Aupetit qui a participé à la remise en service du manomètre au LNE.

Références

- [1] LEGRAS J.C., SCHATZ B. et DELAJOUD P., « La référence nationale de pression du BNM dans le domaine de 10 à 400 Pa », *Bulletin du BNM*, **65**, 1986.
- [2] LEGRAS J.-C. et RIETY P., « Comparaison entre le manomètre à mercure de l'INM et la balance de pression de 400 kPa du LNE », *Bulletin du BNM*, 70, 1987.
- [3] RIETY P., « Etalons primaires de pression : Manomètre à mercure ou balance manométrique ? », *Bulletin du BNM*, 70, 1987.
- [4] LE GUINIO J. et LEGRAS J.-C., « La balance de pression absolue du BNM-LNE dans le domaine de 150 kPa à 1 MPa », *Congrès de métrologie*, Nîmes, France, 1995.
- [5] LE GUINIO J., LEGRAS J.-C. et EL-TAWIL A., "New BNM-LNE standard for absolute pressure measurements up to 1 MPa", *Metrologia*, **36**, 1999, 535-539.
- [6] FÉVRIER P., « Etude des facteurs d'influence dans la mesure très précise des pressions », Mémoire d'ingénieur CNAM, 11 avril 1974.
- [7] SOMMER K.-D. et POZIEMSKI J., "Density, Thermal Expansion and Compressibility of Mercury", *Metrologia*, 30, 1994, 665-668.
- [8] RIETY P., « La mesure des faibles pressions différentielles -Le micromanomètre différentiel de l'Institut National de Métrologie », Séminaire du CNAM, 30 mars 1990.
- [9] DADSON R.S., LEWIS S.L. et PEGGS G.N., "The Pressure Balance, theory and practice", *Her Majesty's Stationary Office*, NPL, 1982.

Article reçu le 11 décembre 2007 ; version révisée reçue le 20 mai 2008.