



F. BOINEAU

# Réalisation d'une référence primaire pour la mesure de flux gazeux entre $4 \times 10^{-12} \text{ mol}\cdot\text{s}^{-1}$ et $4 \times 10^{-7} \text{ mol}\cdot\text{s}^{-1}$

## *Design of a primary reference for gas flow measurements in the range $4 \times 10^{-12} \text{ mol}\cdot\text{s}^{-1}$ to $4 \times 10^{-7} \text{ mol}\cdot\text{s}^{-1}$*

Frédéric BOINEAU et Pierre OTAL

Laboratoire commun de métrologie LNE-CNAM (LCM), Laboratoire national de métrologie et d'essais (LNE), 1 Rue Gaston Boissier, 75724 Paris Cedex 15, France, frederic.boineau@lne.fr.

### Résumé

La traçabilité des mesures en basses pressions absolues est réalisée dans les laboratoires nationaux de métrologie par la méthode dite de l'expansion continue. Cette méthode nécessite la mesure et la génération d'un flux gazeux entre  $4 \times 10^{-12} \text{ mol}\cdot\text{s}^{-1}$  et  $4 \times 10^{-7} \text{ mol}\cdot\text{s}^{-1}$ . Afin d'améliorer ses incertitudes de mesure dans le domaine des pressions absolues inférieures à  $10^{-3} \text{ Pa}$ , le Laboratoire national de métrologie et d'essais (LNE) a développé dans un premier temps une référence primaire pour la mesure de flux gazeux dans la gamme précitée avec une incertitude élargie inférieure à 1 %. Par extension, le fluxmètre gazeux permet également l'étalonnage des fuites de gaz, activité traditionnelle du département pression-vide du LNE, pour les fuites référencées au vide entre  $4 \times 10^{-12} \text{ mol}\cdot\text{s}^{-1}$  à  $4 \times 10^{-7} \text{ mol}\cdot\text{s}^{-1}$  ( $1 \times 10^{-8} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$  à  $1 \times 10^{-3} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$ ) et les fuites de gaz frigorigènes au fréon R-134a, référencées à la pression atmosphérique, entre  $3 \times 10^{-9} \text{ mol}\cdot\text{s}^{-1}$  et  $2 \times 10^{-8} \text{ mol}\cdot\text{s}^{-1}$  (10 g par an à 60 g par an). Les résultats d'étalonnage d'une fuite capillaire sont présentés et comparés aux résultats obtenus par la méthode de remontée de pression, habituellement utilisée pour ce type d'instrument. Un bilan d'incertitude exhaustif sur le flux gazeux mesuré est établi et appliqué à l'utilisation du fluxmètre gazeux dans le cadre de l'expansion continue.

**MOTS CLÉS :** FLUXMÈTRE À PRESSION CONSTANTE, FLUX GAZEUX, MÉTHODE D'EXPANSION CONTINUE, BASSE PRESSION ABSOLUE, FUITE DE RÉFÉRENCE.

### Abstract

Some national laboratories of metrology carry out the continuous expansion method to ensure measurements traceability for low absolute pressure. This method implies to generate a reference molar gas flow rate ranging from  $4 \times 10^{-12} \text{ mol}\cdot\text{s}^{-1}$  to  $4 \times 10^{-7} \text{ mol}\cdot\text{s}^{-1}$ . To improve

calibrations uncertainties for pressures below  $10^{-3} \text{ Pa}$ , Laboratoire national de métrologie et d'essais (LNE) had to initially design a primary reference for gas flow measurement in the aforementioned range, with an expected expanded uncertainty better than 1 %. With the gas flowmeter, it will also be possible to calibrate reference leaks, which is an usual activity of the pressure department of the LNE, for the leaks with reference to vacuum between  $4 \times 10^{-12} \text{ mol}\cdot\text{s}^{-1}$  and  $4 \times 10^{-7} \text{ mol}\cdot\text{s}^{-1}$  (from  $1 \times 10^{-8} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$  to  $1 \times 10^{-3} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$ ) and leaks of the cooling agent R-134a with reference to atmospheric pressure between  $3 \times 10^{-9} \text{ mol}\cdot\text{s}^{-1}$  and  $2 \times 10^{-8} \text{ mol}\cdot\text{s}^{-1}$  (from 10 g per year to 60 g per year). The calibration results of a capillary leak are compared with the pressure rise calibration method, usually performed for this kind of instrument. An uncertainty budget on the gas flow measurement is established for this calibration and applied to the continuous expansion method.

**KEY WORDS:** CONSTANT PRESSURE FLOWMETER, GAS FLOW RATE, CONTINUOUS EXPANSION METHOD, LOW ABSOLUTE PRESSURE, REFERENCE LEAK.

### 1. Introduction

En 2002, la méthode de l'expansion continue destinée à la mesure des basses pressions absolues comprises entre  $10^{-6}$  et  $10^{-2} \text{ Pa}$  avait pu être explorée [1]. Le flux gazeux était alors généré à l'aide de deux régulateurs de débit massique (RDM) du commerce couvrant la gamme  $6 \times 10^{-9} \text{ mol}\cdot\text{s}^{-1}$  à  $2 \times 10^{-6} \text{ mol}\cdot\text{s}^{-1}$  ( $1,5 \times 10^{-5} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$  à  $5 \times 10^{-3} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$ ). L'étude avait montré que ces dispositifs n'étaient satisfaisants ni en terme d'étendue (il est nécessaire de générer un flux gazeux d'au moins

$2 \times 10^{-11} \text{ mol}\cdot\text{s}^{-1}$ ), ni en terme d'incertitude d'utilisation (de l'ordre de 10 % dans la partie basse de la gamme) et avait mis en évidence la nécessité de développer un dispositif capable de délivrer et mesurer un flux gazeux de référence. Ce dispositif, développé par quelques laboratoires nationaux de métrologie dans le domaine du vide est le fluxmètre gazeux à pression constante. Il permet d'une part de mettre en œuvre la méthode de l'expansion continue et d'autre part d'étalonner des fuites de gaz de faibles flux gazeux.

Le LNE raccorde les mesures de flux gazeux des fuites de gaz référencées au vide entre  $4 \times 10^{-14} \text{ mol}\cdot\text{s}^{-1}$  et  $4 \times 10^{-6} \text{ mol}\cdot\text{s}^{-1}$ , principalement les fuites hélium, à l'aide de différentes méthodes de référence qui s'appuient sur des mesures effectuées avec le fluxmètre à volume constant [2]. Depuis 2008, le raccordement des fuites de gaz frigorigène au fréon R-134a référencées à la pression atmosphérique, pour des débits de fuite compris entre 1 g par an et 50 g par an, est assuré par une méthode dite d'accumulation [3], où le débit de fuite est donné par la variation en fonction du temps de la concentration de gaz mesurée dans un volume étalon. Le fluxmètre gazeux à pression constante permettra d'effectuer des comparaisons respectivement avec le fluxmètre gazeux à volume constant et le nouveau banc de mesure des fuites R-134a.

## 2. Définitions et unités

L'expression qui définit rigoureusement le flux gazeux est celle du flux gazeux molaire  $Q_m$  exprimé en  $\text{mol}\cdot\text{s}^{-1}$ . C'est la grandeur recommandée dans le cadre des échanges entre laboratoires nationaux de métrologie dans le domaine des fuites de référence. Le flux gazeux molaire est par définition le nombre de moles de gaz  $\delta N$  traversant une section donnée pendant un temps  $\delta t$  :

$$Q_m = \frac{\delta N}{\delta t}.$$

Dans le domaine du vide, c'est le flux gazeux exprimé en unités de pression ( $p$ ) et de volume ( $V$ ), noté  $Q$  (en  $\text{Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$ ), qui est utilisé pour des raisons pratiques. Sa définition est donnée par la variation de l'énergie ( $pV$ ) du gaz à la température  $T$  pendant un temps  $\delta t$  :

$$Q = \frac{\delta(pV)}{\delta t} \text{ à la température } T.$$

La dénomination de flux gazeux découle de la dimension de  $Q$ , homogène à une puissance.

Pour un gaz parfait, la relation entre le flux gazeux molaire  $Q_m$  et le flux gazeux en unités de pression-volume  $Q$  est :

$$Q_m = \frac{Q}{RT}, \quad (1)$$

avec  $R = 8,314\,472 \text{ J}\cdot\text{K}^{-1}\cdot\text{mol}^{-1}$ , constante molaire des gaz.

Pour exprimer les fuites de gaz frigorigènes, la grandeur utilisée est le débit massique,  $Q_g$  caractérisant le flux

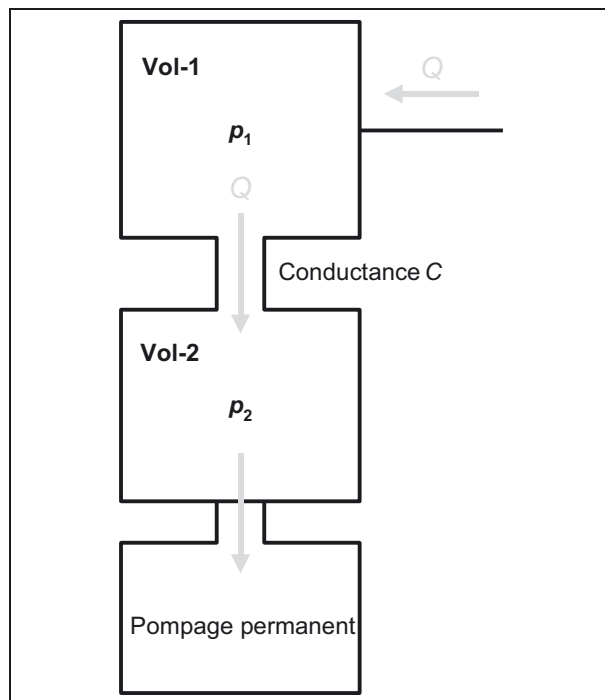


Fig. 1. – Illustration de la méthode de mesure de pression par expansion continue.

gazeux. Il est déterminé par la variation de masse  $\delta m$  du gaz considéré, pendant un temps  $\delta t$  :

$$Q_g = \frac{\delta m}{\delta t}, \text{ pour un gaz donné.}$$

Le flux gazeux molaire se déduit de  $Q_g$  et de  $M$  la masse molaire de l'espèce gazeuse considérée :

$$Q_m = \frac{Q_g}{M}.$$

## 3. Mesure de la pression par expansion continue

Cette méthode consiste à établir un rapport de pression entre deux volumes d'une enceinte d'étalonnage en pompage permanent, à l'aide d'une faible ouverture placée entre les volumes (Fig. 1). L'ouverture est caractérisée par une grandeur appelée conductance qui a la propriété d'être constante en régime moléculaire. Dans un souci de simplification des figures et des expressions, la température  $T$  de l'expérience est supposée identique et constante tout le long de l'écoulement.

Un flux gazeux  $Q$  est introduit dans le volume supérieur Vol-1. Les pressions  $p_1$  et  $p_2$  respectivement dans Vol-1 et Vol-2 sont reliées au flux gazeux et à la conductance  $C$  de l'ouverture par l'expression :

$$Q = C \times (p_1 - p_2).$$

Si le régime d'écoulement est moléculaire, la conductance  $C$  est indépendante de la pression. Dans un premier temps, la conductance est calculée pour des pressions  $p_1$  et  $p_2$  mesurables avec des manomètres raccordés, soit  $p_2 > 10^{-4} \text{ Pa}$ . Pour  $p_2 < 10^{-4} \text{ Pa}$ , la pression  $p_2$  est ensuite

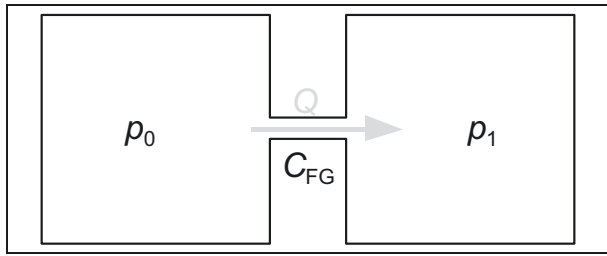


Fig. 2. – Génération d'un flux gazeux par une conductance ( $p_0 > p_1$ ).

calculée à partir de la pression  $p_1$ , de la conductance  $C$  et du flux gazeux  $Q$ , généré et mesuré à l'aide du fluxmètre gazeux à pression constante :

$$p_2 = p_1 - \frac{Q}{C}.$$

#### 4. Conception du fluxmètre gazeux à pression constante

Le fluxmètre gazeux à pression constante est associé à un dispositif de génération du flux gazeux pour la mise en œuvre de l'expansion continue. Ce dispositif est escamotable pour la mesure de flux gazeux provenant des fuites de gaz de référence. Sauf indication contraire, la température  $T$  (température du laboratoire) sera supposée constante et le flux gazeux considéré sera  $Q$ .

##### 4.1. Génération du flux gazeux

La méthode la plus simple pour générer un flux gazeux est de connecter deux volumes à des pressions différentes  $p_0$  et  $p_1$  par une conductance  $C_{FG}$  (Fig. 2). Lorsque  $p_0$  et  $p_1$  sont maintenues constantes, un flux gazeux  $Q$  constant apparaît entre les deux volumes, égal à  $Q = C_{FG} \times (p_0 - p_1)$ .

Différentes valeurs de flux gazeux peuvent être générées en agissant soit sur la différence de pression ( $p_0 - p_1$ ), soit sur la conductance  $C_{FG}$  (en utilisant une vanne de micro-fuite par exemple).

##### 4.2. Principe de la mesure du flux gazeux à pression constante

Le fluxmètre gazeux à pression constante est constitué d'un volume de mesure duquel s'échappe ou pénètre un flux gazeux  $Q$ . Pour maintenir la pression  $p_0$  constante dans le volume, qui mécaniquement va varier en présence du flux gazeux, un dispositif permet de réduire ou d'augmenter le volume de mesure d'une quantité  $\delta V$  constante en fonction du temps.

$$Q = \frac{\delta(p_0 V)}{\delta t}, \text{ à une température } T \text{ constante :}$$

$$\frac{\delta T}{\delta t} = 0.$$

$$Q = p_0 \frac{\delta V}{\delta t}, \text{ pour une pression constante } p_0.$$

Le flux gazeux est le produit de la pression de travail  $p_0$  par la variation temporelle du volume.

##### 4.3. Dispositif de variation de volume

Deux dispositifs de variation de volume sont principalement utilisés dans les fluxmètres gazeux à pression constante : un soufflet métallique dont la longueur est modulable, sur une étendue où il conserve des propriétés élastiques [4], ou un piston inséré dans le volume de travail au travers d'un passage étanche [5, 6].

Le soufflet métallique a l'avantage de conférer au fluxmètre une étanchéité parfaite et des surfaces internes métalliques, ce qui limite la désorption (ou dégazage) des parois. En effet, la pression de travail  $p_0$  peut être relativement faible (de l'ordre de 20 Pa). L'inconvénient de ce système est que la variation  $\delta V$  du volume du soufflet n'est pas strictement linéaire en fonction de sa variation de longueur  $\delta x$  et que son étalonnage par gravimétrie requiert une étude et la mise en place d'un banc spécifique. L'insertion d'un piston dans le volume de mesure est une solution permettant d'obtenir une variation du volume  $\delta V$  proportionnelle à son déplacement  $\delta x$ . De plus, les étalonnages du diamètre du piston et de son déplacement sont des opérations réalisées de manière courante avec de bonnes incertitudes au LNE. Néanmoins, l'étendue de la gamme de flux gazeux à mesurer nécessite l'utilisation de deux pistons de diamètres respectifs 5 mm et 20 mm [5, 6]. L'étanchéité du passage des pistons dans le volume de travail n'étant pas parfaite, une pression proche de la pression de travail est générée en amont du passage étanche (garde en pression). Enfin, l'utilisation de joints en élastomère peut engendrer un phénomène de désorption sous la forme d'un flux de dégazage parasite. Le passage étanche à l'intérieur du volume de mesure est assuré par une bague en téflon et un joint torique élastomère. Pour limiter les fuites par le passage étanche, une traversée étanche à soufflet du commerce placée au dessus des pistons constitue un volume de garde dans lequel règne une pression proche de la pression de travail (Fig. 3). Les pressions en amont et aval du piston étant alors quasiment égales, le flux gazeux de fuite au passage étanche est théoriquement nul.

Le déplacement  $\delta x$  des pistons est assuré par des moteurs pas à pas et des vis sans fin. Des codeurs angulaires absolus à détection optique en amont de la vis donnent le déplacement de chaque piston. Chaque piston peut être entraîné à une vitesse  $v$  comprise entre  $5 \mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$  et  $100 \mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$  sur une course totale d'environ 23 mm.

##### 4.4. Mesure de la pression

La pression de travail  $p_0$  est générée entre 20 Pa et 130 kPa et est mesurée, en fonction de la gamme de pressions, par deux manomètres à membrane capacitive identifiés CDG1 et CDG2 d'étendues respectives 100 Pa et 10 kPa (MKS Instruments, types 390A et 690A) et par un manomètre numérique de type quartz d'étendue 130 kPa (Druck, type DPI 142), identifié ManN. Pour assurer la

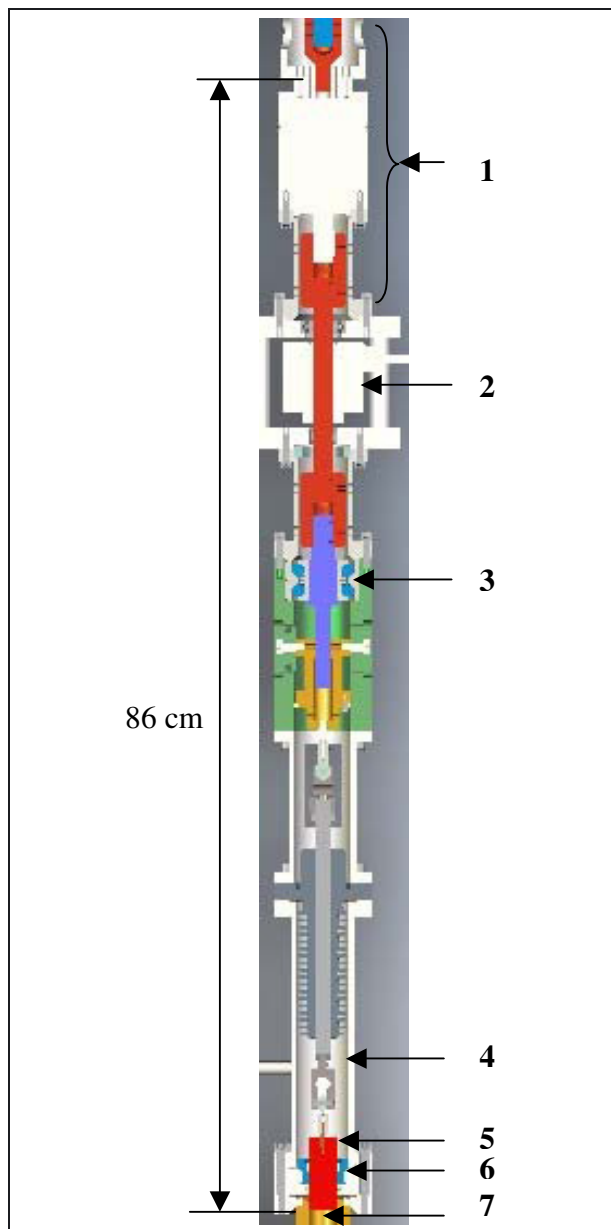


Fig. 3. – Vue d'ensemble du dispositif de variation du volume pour le piston de diamètre 20 mm : (1) ensemble motorisation-réduction ; (2) codeur angulaire (Baumer, type GOM2h-SSI) ; (3) vis sans fin ; (4) traversée étanche à soufflet constituant la chambre de garde en pression (Oerlikon Leybold, type FNL / 40–50) ; (5) piston ; (6) traversée étanche ; (7) volume de mesure.

régulation fine de la pression dans le volume de mesure, un manomètre de pression différentielle à membrane capacitive d'étendue 100 Pa (MKS Instruments, type 616), de résolution 0,001 Pa, identifié CDG R-M, est placé entre le volume de mesure et un volume de référence fermé dans lequel est maintenue une pression  $p_R$  égale à  $p_0$ . Le manomètre de pression différentielle fournit au système de régulation la différence  $\Delta p$  entre la pression  $p_M$  du volume de mesure et la pression  $p_0$  du volume de référence :

$$\Delta p = p_M - p_0.$$

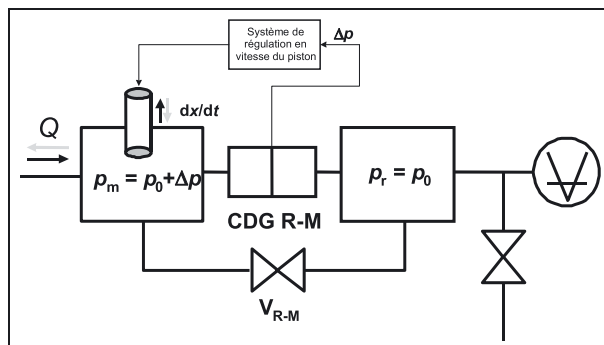


Fig. 4. – Schéma du principe de fonctionnement du fluxmètre gazeux à pression constante et volume variable ; (CDG R-M) manomètre de pression différentielle et ( $V_{R-M}$ ) vanne d'isolement entre le volume de référence et le volume de mesure.

Un schéma de principe du fluxmètre gazeux à pression constante (Fig. 4) est établi à partir de ces éléments.

#### 4.5. Volume de mesure

Le volume de mesure  $V_M$  conditionne la sensibilité du fluxmètre et sa mise en adéquation avec la résolution de mesure de la pression. En considérant  $V_M$  constant, un flux gazeux  $Q$  crée dans le volume de mesure une variation de la pression, mesurée par le manomètre de pression différentielle CDG R-M :

$$\frac{\delta p}{\delta t} = \frac{Q}{V_M}. \quad (2)$$

Pour couvrir les six décades d'étendue de flux gazeux à mesurer et compte tenu de la résolution et de la gamme de fonctionnement du manomètre CDG R-M, deux volumes de mesure sont prévus. Un petit volume est utilisé pour les faibles flux gazeux. Pour les flux gazeux les plus élevés, un volume plus grand est obtenu en connectant à ce petit volume un volume additionnel. Le cahier des charges définit que le volume de mesure doit être le plus faible possible pour les faibles flux et doit limiter la variation instantanée de la pression à environ  $10 \text{ Pa}\cdot\text{s}^{-1}$  pour la valeur la plus élevée du flux gazeux mesurable ( $1 \times 10^{-3} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$ ).

#### 4.6. Régulation de la pression

Les moteurs sont pilotés en vitesse par un automate. La vitesse  $v$  du piston est proportionnelle à la vitesse de rotation  $n$  du moteur, du rapport de réduction  $r$  en sortie du moteur et du pas nominal ( $pas$ ) de 1 mm par tour de la vis d'entraînement. La vitesse s'écrit :

$$v = r \times pas \times n.$$

Maintenir la pression  $p_0$  constante revient à asservir le signal du manomètre de pression différentielle  $\Delta p$  à zéro en actionnant le piston à la vitesse adéquate compensant le flux gazeux à mesurer  $Q$ . Le flux gazeux équivalent généré par le piston, de section  $S$ , est par définition  $Q_{\text{pist}}$ .

$$Q_{\text{pist}} = S \times v \times p_0. \quad (3)$$

Lorsque  $\Delta p = 0$ ,  $Q_{\text{pist}} = -Q$ .

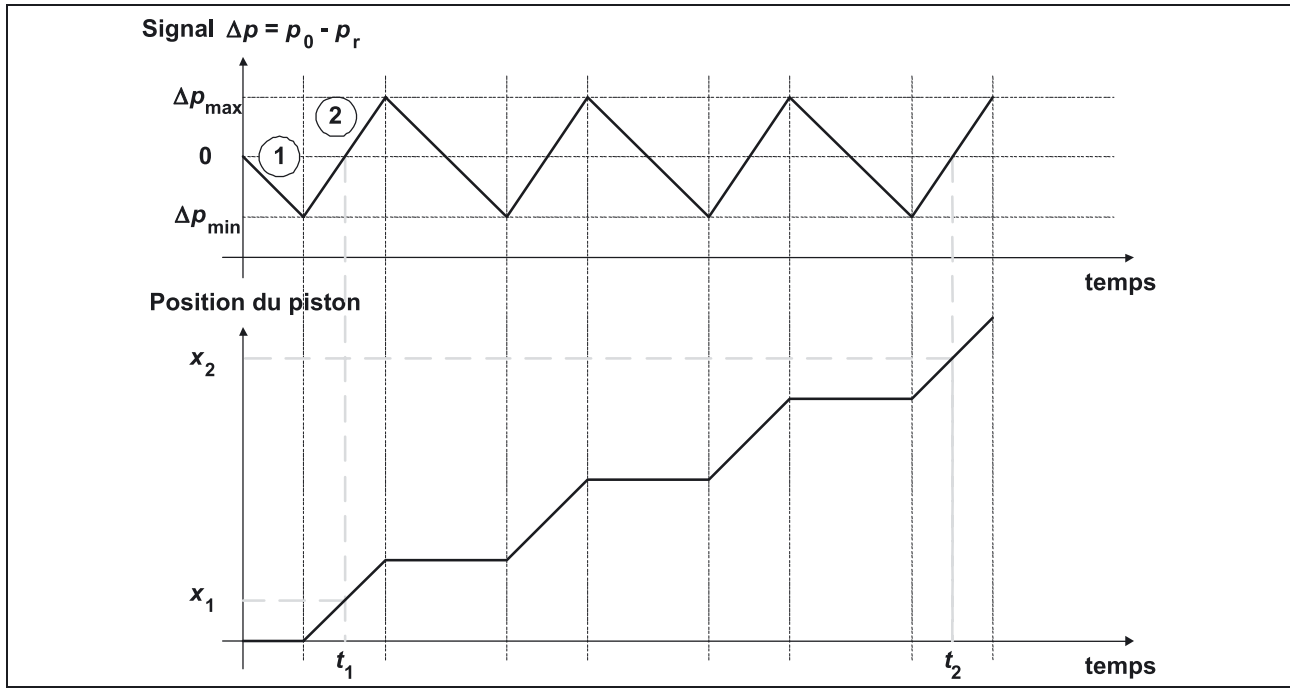


Fig. 5. – Régulation de la pression en dents de scie.

Le signal de sortie  $\Delta p$  du manomètre CDG R-M et la position du piston sont représentées sur une même échelle de temps. En phase (1), après fermeture de la vanne  $V_{R-M}$ ,  $\Delta p$  diminue jusqu'au premier seuil. Le piston reste immobile. La phase (2) débute lorsque  $\Delta p$  devient inférieur à  $\Delta p_{\min}$ ; l'automate pilote le piston à vitesse constante ce qui a pour effet de comprimer le gaz dans le volume de mesure et d'augmenter  $\Delta p$  jusqu'au seuil  $\Delta p_{\max}$ . Lorsque  $\Delta p$  devient supérieur à  $\Delta p_{\max}$ , l'automate stoppe le piston et les phases décrites précédemment sont réitérées jusqu'à ce que l'opérateur décide d'arrêter le processus de mesure. Le temps  $t_1$  correspond au premier passage à zéro du signal  $\Delta p$ , piston actionné; la position du piston à l'instant  $t_1$  est  $x_1$ . Le temps  $t_2$  correspond au dernier passage à zéro du signal  $\Delta p$ , piston actionné; la position du piston à l'instant  $t_2$  est  $x_2$ .

La régulation de  $\Delta p$  à zéro pose cependant quelques difficultés, dues notamment à la régularité insuffisante du pas de la vis et par conséquent de la vitesse du piston. La méthode mise en oeuvre consiste à effectuer une régulation en « dents de scie » [4] du signal  $\Delta p$  entre deux seuils  $\Delta p_{\max}$  et  $\Delta p_{\min}$  symétriques tels que :

$$\Delta p_{\max} = -\Delta p_{\min} = 5 \times 10^{-4} \times p_0.$$

Dans l'hypothèse d'un flux gazeux  $Q$  s'échappant du volume de mesure : la pression dans le volume diminue,  $\Delta p$  décroît alors jusqu'au seuil  $\Delta p_{\min}$ . L'automate actionne le piston à une vitesse constante pré-définie suffisamment élevée pour que  $\Delta p$  augmente.  $\Delta p$  croît jusqu'au seuil  $\Delta p_{\max}$  et le piston est arrêté. Ces phases sont répétées jusqu'à obtenir la course du piston souhaitée (Fig. 5).

Les instants  $t_1$  et  $t_2$ , pour lesquels le signal  $\Delta p$  est nul, sont reportés sur l'enregistrement du déplacement du piston et correspondent au déplacement  $(x_2 - x_1)$ . Sur cet intervalle, la pression est égale en moyenne à  $p_0$ . Le flux gazeux est, à la température  $T$  supposée constante, donné par :

$$Q = p_0 \times S \times \frac{x_2 - x_1}{t_2 - t_1}. \quad (4)$$

#### 4.7. Influence de la température

Les apports d'énergie par la climatisation du laboratoire soumettent le processus de mesure à des variations de température qui se traduisent par des flux gazeux parasites dans le volume de référence et le volume de mesure. Considérons  $N_0$  moles de gaz parfait dans un volume fermé  $V$ , à la pression initiale  $p_0$  et à la température initiale  $T_0$ . La loi des gaz parfaits donne pour les conditions initiales :

$$\frac{N_0}{V}R = \frac{p_0}{T_0}.$$

Les échanges thermiques entre le volume et le milieu extérieur entraînent une variation de température  $\frac{\delta T}{\delta t}$  et une variation de pression  $\frac{\delta p}{\delta t}$  telles que :

$$\frac{\delta p}{\delta t} = \frac{N_0}{V}R \frac{\delta T}{\delta t},$$

soit d'après les conditions initiales :

$$\frac{\delta p}{\delta t} = \frac{p_0}{T_0} \frac{\delta T}{\delta t}.$$

Le flux gazeux parasite d'origine thermique s'exprime alors :

$$Q_{th} = V \frac{\delta p}{\delta t} = V \frac{p_0}{T_0} \frac{\delta T}{\delta t}.$$

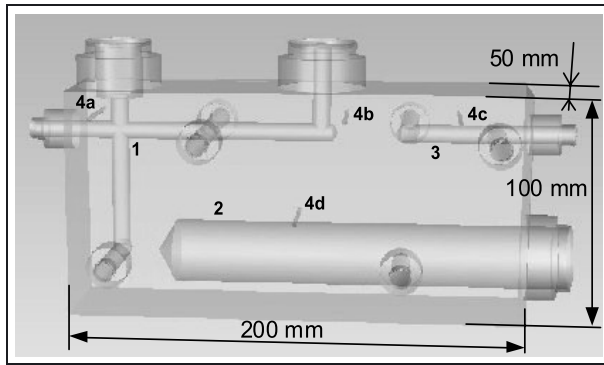


Fig. 6. – Corps « trois volumes » : (1) volume de mesure ; (2) volume de mesure additionnel ; (3) volume de référence ; (4) logements des sondes de température Pt-100.

Le signal utilisé pour la mesure de flux gazeux est le signal  $\Delta p = p_M - p_R$ . En considérant les flux gazeux parasites dans le volume de mesure,  $Q_{thM}$  et dans le volume de référence,  $Q_{thR}$ , le flux gazeux parasite  $Q_{th}$  est donné par :

$$Q_{th} = Q_{thM} - Q_{thR}, \text{ donc :}$$

$$Q_{th} = \frac{p_0}{T_0} \left( V_M \frac{\delta T_M}{\delta t} - V_R \frac{\delta T_R}{\delta t} \right), \quad (5)$$

où  $V_M$  et  $V_R$  sont les volumes respectifs de mesure et de référence, et  $\frac{\delta T_M}{\delta t}$  et  $\frac{\delta T_R}{\delta t}$  sont les variations temporelles de températures dans chacun d'eux. Les variations de température devront donc être réduites le plus possible, ce qui a guidé certains choix de conception. Les volumes de mesures et de référence ont été usinés dans une pièce métallique monobloc en inox 316L appelée corps « trois volumes » (Fig. 6), dans laquelle les températures peuvent être mesurées et enregistrées en trois emplacements lors d'une phase de mesure. L'expression du flux gazeux thermique parasite montre qu'il est préférable que les variations temporelles de température dans chaque volume soient dans le même sens. L'architecture du corps métallique augmente le couplage thermique entre les volumes afin d'obtenir cette caractéristique. Une enceinte en matériau isolant a été prévue pour enfermer les volumes avec les vannes de connexion et le manomètre capacitif différentiel dans le but d'augmenter la résistance thermique entre le corps et le milieu ambiant. Au moment de l'étude, l'enceinte en cours de réalisation n'a pas pu être mise en place.

Pour mesurer la température du gaz, nous avons sélectionné des capteurs de température Pt-100 (Thermo-Est) de diamètre 1,9 mm et d'une longueur de 150 mm. Leur faible diamètre limite l'apport de chaleur par conduction thermique vers les volumes et leur longueur permet d'obtenir des incertitudes d'étalonnage de 0,05 °C. Les logements destinés à leur insertion dans le corps du fluxmètre ont le même diamètre que la gaine des capteurs.

#### 4.8. Génération de la pression

Un volume tampon d'environ 25 dm<sup>3</sup> est associé à un groupe de pompe turbo-moléculaire et est muni d'une vanne de dosage reliée à l'alimentation en gaz. Il assure d'une part la fonction de génération de la pression de travail au palier souhaité dans le fluxmètre gazeux et d'autre part la génération d'un vide de l'ordre de 10<sup>-4</sup> Pa pour déterminer les zéros des manomètres de pression absolue à membrane capacitive CDG1 et CDG2. En effet, ce type de manomètre donne en toute rigueur une indication de l'accroissement de la pression ; le zéro correspond à l'indication du manomètre à une pression typiquement inférieure à 10 % de sa résolution. La valeur du zéro est retranchée de l'indication lue pour donner la valeur de la pression absolue et doit être redéterminée périodiquement. Un manomètre à vide de type Pirani-Penning (Pfeiffer, jauge PKR 251 associée à un afficheur TPG 256), identifié ManV, connecté au volume tampon indique l'ordre de grandeur de la pression de travail.

#### 4.9. Schéma fonctionnel du fluxmètre gazeux

Un schéma fonctionnel du fluxmètre gazeux est donné en figure 7. Tous les éléments en contact avec le gaz sont en inox 316L ou inox 304L, sauf les éléments constituant les passages étanches des pistons.

#### 4.10. Description d'un cycle de mesure

Une application informatique a été développée avec Labview 8.2 pour commander le fluxmètre gazeux et effectuer les enregistrements des données de mesure. Dans un premier temps, les volumes du fluxmètre sont soumis à un pompage turbo-moléculaire pendant plusieurs heures avec toutes les vannes ouvertes (sauf  $V_{ManN}$ ). Au vide limite, les zéros des capteurs CDG1 et CDG2 sont enregistrés successivement ;  $V_1$  et  $V_3$  sont fermées durant cette phase (Fig. 7). Suivant la valeur de flux gazeux à générer ou à mesurer, une pression de travail  $p_0$  adéquate est établie dans l'ensemble du fluxmètre gazeux. Les vannes des manomètres qui ne sont pas utilisées sont refermées au préalable afin de ne pas dépasser leur étendue de mesure. Le piston de travail, ainsi que son sens de fonctionnement, sont sélectionnés à l'aide du logiciel ou directement avec l'automate : piston sortant pour les flux gazeux s'échappant du volume de mesure ou piston entrant pour les flux gazeux pénétrant dans le fluxmètre.

L'automate permet de positionner le piston en début ou en fin de course suivant la configuration de mesure, avec un rattrapage du jeu mécanique. Si le piston de diamètre 5 mm est utilisé (gamme des flux gazeux les plus faibles), le piston de diamètre 20 mm est placé en fin de course et la vanne  $V_{M-Mad}$  est fermée pour réduire le volume de mesure (§ 4.5). Lorsque le flux gazeux est stabilisé,  $V_3$  est refermée. Le zéro initial du manomètre CDG R-M,  $\Delta p_{init}$  est relevé et les seuils  $\Delta p_{max}$  et  $\Delta p_{min}$  sont calculés comme indiqué au paragraphe 4.6, symétriques par rapport  $\Delta p_{init}$ . Les seuils et la consigne de vitesse du piston sélectionné sont entrés dans l'automate.

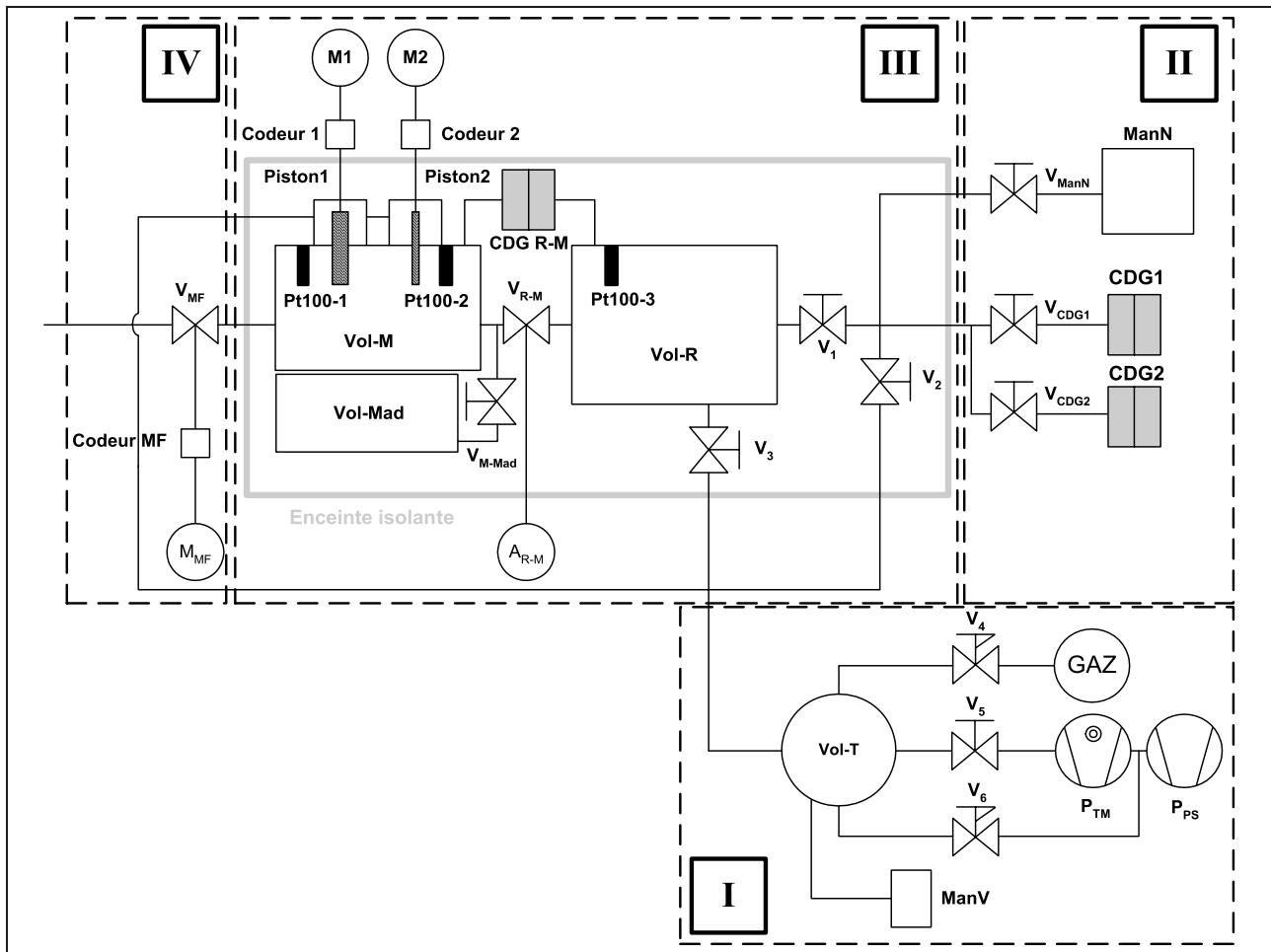


Fig. 7. – Vue fonctionnelle du fluxmètre gazeux : (I) Génération de pression ; (Vol-T) : volume tampon ; (P<sub>PS</sub>) : pompe primaire sèche ; (P<sub>TM</sub>) : pompe turbo-moléculaire ; (V<sub>4</sub>) : vanne micro-fuite de dosage ; (V<sub>5</sub>) : vanne d'isolement à tiroir ; (V<sub>6</sub>) vanne à diaphragme ; (ManV) : manomètre à vide Pirani-Penning (II) Mesure de la pression de référence ; (CDG1) : manomètre capacitif absolu d'étendue 100 Pa ; (CDG2) : manomètre capacitif absolu d'étendue 10 kPa ; (ManN) : manomètre numérique à quartz d'étendue 130 kPa ; (V<sub>CDG 1 et 2</sub>) : vannes à soufflet manuelles d'isolement des manomètres CDG ; (V<sub>ManN</sub>) : vanne à soufflet pneumatique d'isolement du manomètre ManN (III) Pilotage et mesure de la variation de volume ; (CDG R-M) : manomètre capacitif différentiel d'étendue 100 Pa ; (Vol-M) : volume de mesure ; (Vol-R) : volume de référence ; (Vol-Mad) : volume additionnel au volume de mesure ; (Piston1) : piston Ø 20 mm ; (Piston2) : piston Ø 5 mm ; (M1 et M2) : moteurs pas à pas de pilotage en vitesse des pistons 1 et 2 ; (Codeur1 et 2) : codeurs angulaires absolus associés à la mesure du déplacement des pistons 1 et 2 ; (Pt100-1 à 3) : sondes de température ; (V<sub>1</sub> à V<sub>3</sub>) : vannes à soufflet pneumatiques ; (V<sub>R-M</sub>) : vanne à soufflet manuelle d'isolement entre Vol-M et Vol-R ; (A<sub>R-M</sub>) : actionneur pneumatique rotatif associé à la vanne V<sub>R-M</sub> ; (V<sub>M-Mad</sub>) : vanne à soufflet pneumatique de modulation en capacité du volume de mesure ; (IV) Génération du flux gazeux ; (V<sub>MF</sub>) : vanne de micro-fuite ; (M<sub>MF</sub>) : moteur pas à pas associé au positionnement de V<sub>MF</sub> ; (Codeur MF) : codeur angulaire absolu associé à l'indication d'ouverture de V<sub>MF</sub>.

L'enregistrement des valeurs brutes de la pression de travail, du déplacement du piston, des températures et de l'horloge du PC est alors démarré. Les vannes V<sub>R-M</sub> et V<sub>2</sub> sont ensuite fermées et le pilotage du fluxmètre gazeux est initié. Lorsque  $\Delta p$  atteint le premier seuil, l'automate déplace le piston à la vitesse de consigne jusqu'à ce que  $\Delta p$  atteigne le seuil opposé pour lequel le piston est stoppé (§ 4.6). Un graphe dynamique permet de visualiser le signal  $\Delta p$  en fonction du temps.

Le piston s'arrête automatiquement en fin de course ou sur arrêt du cycle par l'opérateur. Puis, les vannes V<sub>R-M</sub> et V<sub>2</sub> sont ouvertes. L'enregistrement des paramètres est poursuivi pendant 1 min de manière à observer

les variations du zéro du signal  $\Delta p$  par rapport à sa valeur initiale  $\Delta p_{init}$ .

## 5. Éléments métrologiques

### 5.1. Pistons

La variation  $\Delta V$  du volume de mesure est le produit de la surface  $S$  du piston considéré par son déplacement  $\Delta x$ .

#### 5.1.1. Surface des pistons

Le diamètre de chaque piston est déterminé par étalonnage pour 3 sections situées respectivement à 5 mm,

Tableau 1  
Incertitude sur le diamètre du piston Ø5.

Piston de diamètre : 5,022 45 mm					
Composantes	Incertitude type sur la composante	Unité	Distribution	Coefficient de sensibilité (en $\mu\text{m}\cdot\text{unité}^{-1}$ )	Incertitude type (en $\mu\text{m}$ )
Étalonnage du diamètre	0,060	$\mu\text{m}$	Normale	1	0,060
Écart de forme	0,37	$\mu\text{m}$	Normale	1	0,37
Circularité	0,37	$\mu\text{m}$	Rectangulaire	1	0,37
Température : coefficient de dilatation linéique du piston de $1,2 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$	0,58	K	Rectangulaire	$1,2 \times 10^{-6}$	<0,001
<b>Incertitude élargie (<math>k = 2</math>)</b>					<b>1,1</b>

Tableau 2  
Incertitude sur le diamètre du piston Ø20.

Piston de diamètre : 19,996 8 mm					
Composantes	Incertitude type sur la composante	Unité	Distribution	Coefficient de sensibilité (en $\mu\text{m}\cdot\text{unité}^{-1}$ )	Incertitude type (en $\mu\text{m}$ )
Étalonnage du diamètre	0,36	$\mu\text{m}$	Normale	1	0,36
Écart de forme	1,8	$\mu\text{m}$	Normale	1	1,8
Circularité	0,92	$\mu\text{m}$	Rectangulaire	1	0,92
Température : coefficient de dilatation linéique du piston de $1,2 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$	0,58	K	Rectangulaire	$1,2 \times 10^{-6}$	<0,001
<b>Incertitude élargie (<math>k = 2</math>)</b>					<b>4,1</b>

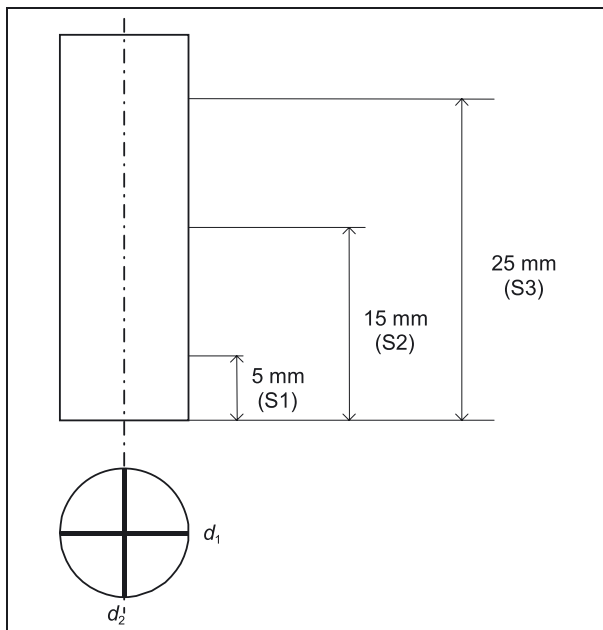


Fig. 8. – Étalonnage dimensionnel des pistons.

15 mm et 25 mm de l'extrémité, caractérisant ainsi le piston sur sa course utile. Deux diamètres  $d_1$  et  $d_2$  sont mesurés par comparaison interférométrique à la longueur d'un tampon de référence.  $d_1$  est choisi arbitrairement et  $d_2$  est perpendiculaire à  $d_1$  (Fig. 8). En complément, une détermination de circularité est effectuée pour chaque section.

Les diamètres  $d_1$  et  $d_2$  sont mesurés à chaque section S1, S2 et S3

Le diamètre  $d$  du piston est la moyenne des mesures  $d_1$  et  $d_2$  de chaque section S1, S2 et S3 :

$$d = \frac{1}{6} \sum_{i=1}^3 (d_1 + d_2)_{S_i}$$

L'écart type expérimental sur les 6 mesures de diamètre caractérise l'écart de forme du piston.

Pour chaque section, un écart de circularité est déterminé. Les composantes de l'incertitude de mesure du diamètre des pistons sont regroupées dans les tableaux 1 et 2 pour chaque piston.

L'incertitude relative élargie sur le diamètre des deux pistons est de  $2,1 \times 10^{-4}$  soit une incertitude de  $4,2 \times 10^{-4}$  sur la surface S.

### 5.1.2. Déplacements

Le signal des codeurs angulaires à détection optique est converti en déplacement à partir de la valeur théorique du pas de la vis de 1 mm par tour. Les codeurs sont identiques pour chaque piston et possèdent  $2^{14}$  points par tour, soit une résolution de 0,061  $\mu\text{m}$  sur le déplacement. Le logiciel de supervision fournit une lecture du déplacement du piston  $\Delta x_{lu}$ . Les étalonnages des déplacements sont effectués à l'aide d'un interféromètre laser. Le piston est



Tableau 3  
Incertitude sur la mesure du déplacement du piston Ø5.

Déplacement du piston Ø5					
Composantes	Incertitude type sur la composante	Unité	Distribution	Coefficient de sensibilité (en $\mu\text{m}\cdot\text{unité}^{-1}$ )	Incertitude type (en $\mu\text{m}$ )
Étalonnage du déplacement	1,1	$\mu\text{m}$	Normale	1	1,1
Dérive (estimée)	1,2	$\mu\text{m}$	Rectangulaire	1	1,2
$e_x$ : écart au modèle	4,7 $\mu\text{m}$				
Incertitude type ( $u$ )					1,6
<b>Incertitude élargie (<math>k = 2</math>) : <math>2u + e_x</math></b>					<b>7,9</b>

Tableau 4  
Incertitude sur la mesure du déplacement du piston Ø20.

Déplacement du piston Ø20					
Composantes	Incertitude type sur la composante	Unité	Distribution	Coefficient de sensibilité (en $\mu\text{m}\cdot\text{unité}^{-1}$ )	Incertitude type (en $\mu\text{m}$ )
Étalonnage du déplacement	0,65	$\mu\text{m}$	Normale	1	0,65
Dérive (estimée)	1,2	$\mu\text{m}$	Rectangulaire	1	1,2
$e_x$ : écart au modèle	5,9 $\mu\text{m}$				
Incertitude type ( $u$ )					1,3
<b>Incertitude élargie : <math>2u + e_x</math></b>					<b>8,6</b>

placé au début de sa course, avec un rattrapage du jeu mécanique de la vis, ce qui constitue le point zéro,  $x_0$ . Puis, le piston est positionné sur le premier point d'étalonnage. Le déplacement mesuré  $\Delta x_{\text{int}}$  par l'interféromètre et la valeur de l'indication du déplacement  $\Delta x_{\text{lu}} = x_{\text{lu}} - x_0$  par le codeur sont relevés. Cette opération est réalisée sur 10 points de déplacement le long de la course. Pour chaque piston, l'étalonnage permet de déterminer un facteur de correction linéaire  $k_{\text{pist}}$  sur l'indication de déplacement  $\Delta x_{\text{lu}}$  par rapport au déplacement réel, à l'aide d'une droite de régression. Le déplacement corrigé  $\Delta x$  est donné par :

$$\Delta x = \Delta x_{\text{lu}} \times k_{\text{pist}}$$

Les écarts au modèle  $e_x$  ne sont pas corrigés.

$$e_x = \Delta x - \Delta x_{\text{int}}$$

Les calculs effectués sur les valeurs d'étalonnage donnent  $k_{\text{pist}5} = 0,999\ 18$  pour le piston de diamètre 5 mm et  $k_{\text{pist}20} = 0,996\ 98$  pour le piston de diamètre 20 mm. Dans les tableaux 3 et 4, l'incertitude de la composante « étalonnage » tient compte de la répétabilité et de la résolution du codeur.

## 5.2. Manomètres

### 5.2.1. Mesure de la pression absolue $p_R$

Les manomètres CDG1 et CDG2 associés à une lecture analogique de la pression sont étalonnés sur leur étendue de mesure respective par comparaison au manomètre numérique à piston non rotatif de référence (FPG). Le manomètre ManN est étalonné à l'aide d'une balance de pression absolue.

Tableau 5

Incertitude élargie sur la mesure de la pression  $p_R$  entre 0,1 Pa et 130 kPa.

Manomètre	Gamme	Incertitude élargie ( $k = 2$ )
CDG1	de 0,1 Pa à 100 Pa	$0,007\ \text{Pa} + 1,3 \times 10^{-3} \times p_R$
CDG2	de 100 Pa à 10 kPa	$0,25\ \text{Pa} + 1,3 \times 10^{-3} \times p_R$
ManN	de 10 kPa à 130 kPa	23 Pa

L'incertitude sur la mesure de la pression  $p_R$  est donnée en fonction de la gamme mesurée dans le tableau 5.

### 5.2.2. Mesure de la pression différentielle $\Delta p$

Le manomètre CDG R-M est utilisé comme détecteur de zéro dont la sensibilité est estimée identique autour de  $\Delta p_{\text{init}}$ . L'incertitude sur la stabilité à court terme du zéro sera prise en compte dans le budget d'incertitudes relatif à la mesure de  $Q$  (§ 7).

## 5.3. Capteurs de température

Les thermomètres de type Pt-100 sont étalonnés en résistance, dans la configuration dite en quatre fils en deux points de température : 0 °C et 25 °C. L'étalonnage associe la résistance du capteur à la température de référence. En chaque point, l'écart par rapport à la norme EN 60751/A2 de mars 1996 est calculé comme suit :

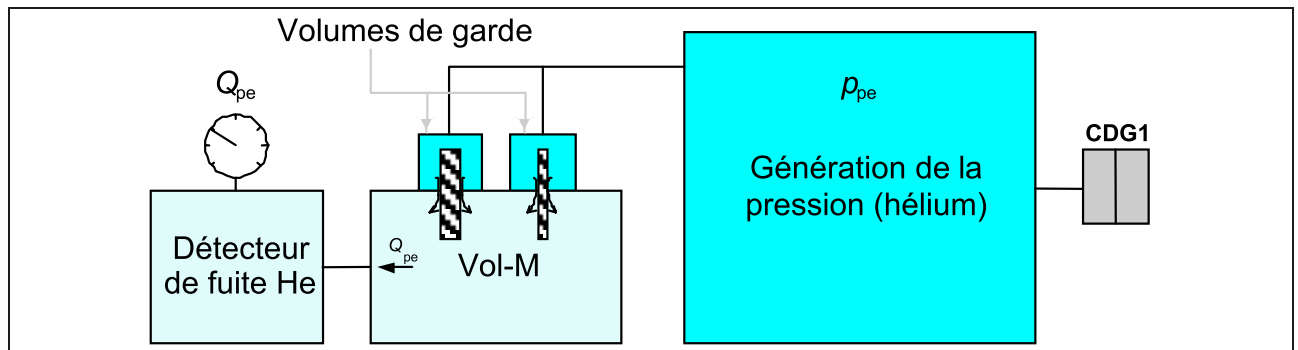
$$e_R = R_c - R_{\text{norme}}(T), \text{ avec}$$

–  $R_c$  : résistance thermométrique du capteur à la température  $T$  ;

Tableau 6

Incertitude sur la température mesurée par la chaîne de température.

Sondes de température Pt-100					
Composantes	Incertitude type sur la composante	Unité	Distribution	Coefficient de sensibilité (en K·unité <sup>-1</sup> )	Incertitude type (en K)
Étalonnage du thermomètre	0,025	K	Normale	1	0,025
Étalonnage du multimètre (résistance étalon)	0,001 5	Ω	Normale	2,5	0,003 8
Dérive du thermomètre	0,008 7	K	Rectangulaire	1	0,008 7
Auto-échauffement du thermomètre	Négligé				
$b_1$ : écart au modèle	0,001 K				
Incertitude type ( $u$ )					0,027
Incertitude élargie ( $k = 2$ ) : $2u + b_1$					<b>0,055</b>

Fig. 9. – Qualification des passages étanches des pistons ; le flux gazeux de fuite  $Q_{pe}$  susceptible d'apparaître aux passages étanches des pistons est mesuré directement par le détecteur de fuite.

–  $R_{\text{norme}}(T) = R_0 (1 + AT + BT^2)$ , donnée par la norme citée ci-dessus entre 0 °C et 850 °C, avec  $A$  et  $B$  coefficients de la norme et  $R_0 = 100 \Omega$  pour un thermomètre de type Pt-100.

Une droite d'écart  $e_R(R_c)$  est calculée à partir des deux points d'étalonnage.

La température  $T$  est calculée pour une résistance  $R_c$ , mesurée par un multimètre étalonné à partir de la relation :

$$T = T_{\text{norme}} [R_c - e_R(R_c)].$$

$T_{\text{norme}}(R)$  est la fonction inverse de la norme EN 60751/A2 :

$$T_{\text{norme}}(R) = \frac{-A + \sqrt{A^2 - 4B(1 - R/R_0)}}{2B}$$

Afin d'estimer l'écart  $b_1$  au modèle proposé, un troisième point d'étalonnage à une température autour de 20 °C a été effectué sur l'un des thermomètre.  $b_1$  est la différence entre la température d'étalonnage et la température calculée avec le modèle pour la résistance mesurée à cette température d'étalonnage. L'incertitude du tableau 6 est l'incertitude associée à la chaîne de température en considérant l'élément sensible du thermomètre uniquement. Une qualification du fluxmètre en température fournira les composantes à combiner pour déterminer l'incertitude associée à la température du gaz à l'intérieur du fluxmètre.

#### 5.4. Horloge

L'horloge de l'ordinateur est utilisée pour horodater les mesures. L'incertitude type sur la mesure de l'intervalle de temps  $t_2 - t_1$  (§ 4.6) est estimée meilleure que  $1 \times 10^{-4}$  en valeur relative.

## 6. Qualification du fluxmètre gazeux

### 6.1. Passages étanches

La qualification des passages étanches des pistons a pour objet de quantifier le flux gazeux de fuite  $Q_{pe}$  susceptible d'apparaître entre le volume situé en amont de chaque piston et le volume de mesure Vol-M. Un détecteur de fuite hélium préalablement étalonné est connecté sur le raccord de sortie du fluxmètre gazeux (la vanne  $V_{MF}$  a été démontée lors de la qualification), tandis qu'une pression  $p_{pe}$  en hélium mesurée à l'aide du manomètre CDG1 est générée dans les volumes de garde par l'intermédiaire du dispositif de génération de pression (Fig. 9). Les vannes  $V_2$ ,  $V_{CDG2}$ ,  $V_{R-M}$ ,  $V_{M-Mad}$  sont ouvertes et les vannes  $V_3$ ,  $V_{CDG2}$  et  $V_{ManN}$  sont fermées (Fig. 7).

Dans cette configuration, le groupe de pompage du détecteur de fuite génère dans les volumes Vol-M et Vol-R une pression inférieure à  $10^{-3}$  Pa. Des paliers de pressions entre 0,1 Pa et 50 Pa en hélium sont générés au-dessus des pistons. Le signal du détecteur de fuite est relevé à chaque palier. Les pistons sont mis en mouvement

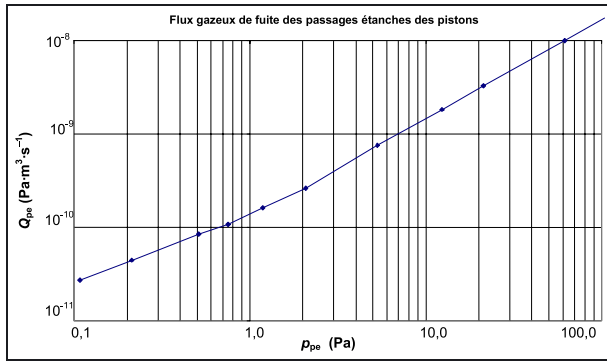


Fig. 10. – Mesure du flux gazeux de fuite des passages étanches.

lors des essais. La différence entre les pressions amont et aval des pistons est, compte tenu de la pression d'évacuation du détecteur de fuite, assimilable à  $p_{pe}$ .

Le graphique de la figure 10 montre l'évolution du flux gazeux de fuite en fonction de la différence de pression entre le volume de garde et le volume de mesure.

## 6.2. Homogénéité et stabilité de la température

L'homogénéité en température du corps « trois volumes » est caractérisée à l'aide de quatre sondes de température de type Pt-100 insérées dans les logements repérés 4a, 4b, 4c et 4d sur la figure 6. La température du logement 4a est prise comme référence. La différence entre les températures des logements 4b, 4c, 4d et celle du logement 4a est déterminée par une méthode de transposition dite de « double pesée de Gauss » [7] à l'aide de deux thermomètres X et Y. Considérons deux emplacements 1 et 2 pour lesquels on souhaite mesurer la différence de température. La première étape consiste à placer les thermomètres respectivement dans les emplacements 1 et 2 et à mesurer la différence de température brute  $(\Delta T_{Y-X})_{mes1}$  entre le capteur Y et le capteur X. Pour la seconde étape, les thermomètres sont intervertis et la différence de température brute  $(\Delta T_{X-Y})_{mes2}$  entre le thermomètre X et le thermomètre Y est mesurée. La différence de température  $T_2 - T_1$  est alors donnée par :

$$T_2 - T_1 = \frac{1}{2} [(\Delta T_{Y-X})_{mes1} + (\Delta T_{X-Y})_{mes2}]$$

Une détermination d'homogénéité a été effectuée avec le piston de diamètre 5 mm en fonctionnement continu à une vitesse de  $50 \mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ . L'écart maximum de température entre les différents logements est inférieur à 0,020 K. Par ailleurs, l'enregistrement de la température sur 10 min dans le corps du fluxmètre a montré une variation de la température inférieure à 0,015 K.

Ces valeurs seront prises en compte pour le calcul de l'incertitude sur la température associée au flux gazeux  $Q$  mesuré.

## 7. Comparaison avec le fluxmètre gazeux à volume constant : étalonnage de deux fuites capillaires

### 7.1. Présentation de la comparaison

Le LNE dispose d'une fuite capillaire de référence identifiée FUI H, étalonnée avec le fluxmètre gazeux à volume constant pour deux pressions amonts de 100 kPa et 150 kPa en hélium. Les deux fuites ainsi constituées, identifiées respectivement FUI H100 et FUI H150 de valeurs nominales  $4,5 \times 10^{-7} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$  et  $8,3 \times 10^{-7} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$  à la température de  $20^\circ \text{C}$  (soit  $1,8 \times 10^{-10} \text{ mol}\cdot\text{s}^{-1}$  et  $3,4 \times 10^{-10} \text{ mol}\cdot\text{s}^{-1}$ ), permettent d'étalonner le détecteur de fuite pour l'étalonnage courant des fuites hélium des industriels [2].

Les mesurages de flux gazeux avec le fluxmètre à pression constante, connecté en aval de la fuite FUI H, imposent une valeur de pression de travail  $p_0$  réglée de manière à piloter le piston de diamètre 5 mm à une vitesse située dans sa plage de fonctionnement. Les effets thermiques, à travers le flux gazeux parasite  $Q_{th}$  d'origine thermique (§ 4.7), étant proportionnels à  $p_0$ , la pression de travail sera réglée aussi faible que possible. La pression aval de la fuite H lors des mesures avec le fluxmètre gazeux à volume constant est de l'ordre de 20 Pa à 30 Pa. Le flux gazeux d'une fuite capillaire  $Q_{fuite}$  est proportionnelle à sa conductance  $C_{fuite}$  (qui dépend de la pression) et la différence entre sa pression amont ( $p_{amont}$ ) et sa pression aval ( $p_{aval}$ ) :

$$Q_{fuite} = C_{fuite} \times (p_{amont} - p_{aval}). \quad (6)$$

Les mesures effectuées avec le fluxmètre à pression constante seront ramenées par calcul à une pression aval du même ordre que celles des étalonnages avec le fluxmètre à volume constant, en considérant que la conductance  $C_{fuite}$  est invariante pour des pressions en amont identiques et une différence ( $p_{amont} - p_{aval}$ ) entre les deux installations inférieure à 0,5 %.

### 7.2. Mode opératoire

La pression  $p_{amont}$  est générée à l'aide d'un contrôleur de pression absolue connecté à une bouteille d'hélium. Le raccord de sortie de la fuite est connecté directement sur le fluxmètre gazeux ; la vanne  $V_{MF}$  est démontée. La température de la fuite est mesurée avec le thermomètre 2 et la température associée au flux gazeux est mesurée à l'aide des thermomètres 1 et 3. Le piston de diamètre 20 mm est placé en fin de course pour réduire la capacité du volume de mesure  $V_M$  (§ 4.10). Le piston de diamètre 5 mm a son sens de fonctionnement vers une augmentation du volume de mesure, il est donc positionné en fin de course. La pression  $p_0$  est mesurée par le capteur CDG2 pour les deux valeurs de fuite. Dans cette configuration la capacité du volume de mesure Vol-M a été estimée à  $46 \text{ cm}^3$  et celle du volume de référence Vol-R à  $61 \text{ cm}^3$ . La vitesse du piston  $v$  est fixée de telle sorte que le flux gazeux généré par le piston  $Q_{pist}$  (Eq. 3) soit de  $k_0$  fois

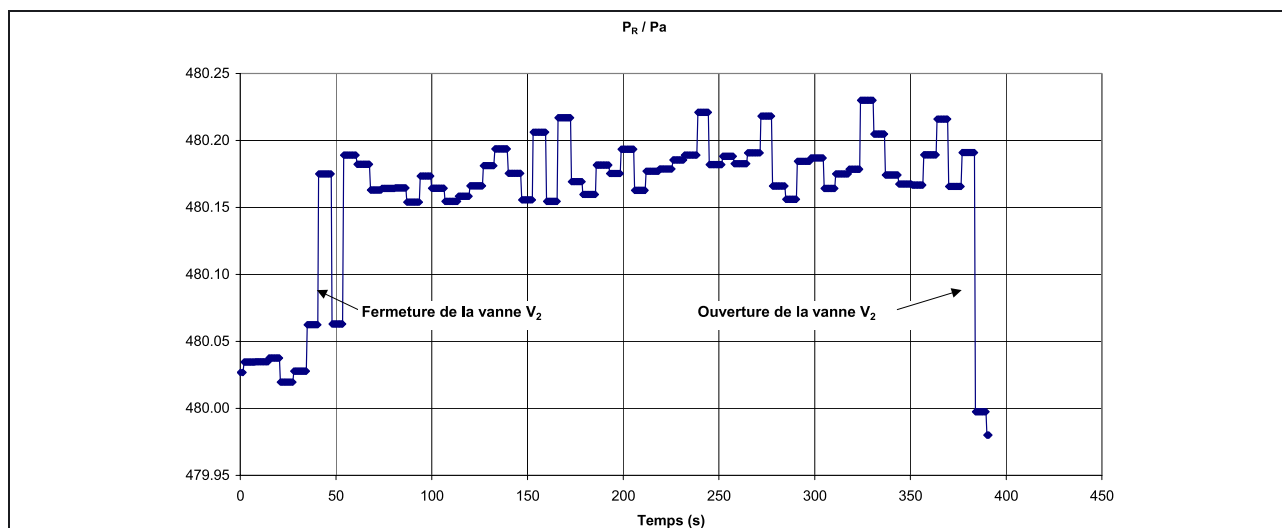


Fig. 11. – Enregistrement de la pression de référence  $p_R$ .

le flux gazeux à mesurer  $Q_{\text{fuite}}$  ; le facteur  $k_0$  sera choisi proche de 2.

$$Q_{\text{pist}} = k_0 \times Q_{\text{fuite}}.$$

Lorsque le piston est en mouvement, le flux gazeux observé  $Q_{\text{obs}}$  résulte du flux gazeux  $Q_{\text{fuite}}$  pénétrant dans le volume de mesure (signe positif) et du flux gazeux généré par le piston  $Q_{\text{pist}}$  (signe négatif) :

$$Q_{\text{obs}} = Q_{\text{fuite}} - Q_{\text{pist}},$$

$$Q_{\text{obs}} = Q_{\text{fuite}} \times (1 - k_0).$$

De cette expression peut être déduite la pente du signal  $\Delta p(t)$  quand le piston est actionné, en utilisant la définition du flux gazeux de l'équation (2) (le volume  $V_M$  est constant en première approximation) :

$$\frac{d(\Delta p)}{dt} = \frac{Q_{\text{fuite}} \times (1 - k_0)}{V_M}.$$

De plus, la pente du signal  $x(t)$  est la vitesse du piston soit d'après l'équation (3) :

$$\frac{dx}{dt} = \frac{Q_{\text{pist}}}{S \cdot p_0} = \frac{k_0 \cdot Q_{\text{fuite}}}{S \cdot p_0}.$$

En considérant une dérive maximum à court terme  $d_{\Delta p}$  du manomètre CDG R-M entre les temps  $t_1$  et  $t_2$ , il est alors possible d'estimer une erreur maximum  $e_{t_2-t_1}$  commise sur le temps de mesure d'une part et sur la distance  $e_{x_2-x_1}$  parcourue par le piston à partir respectivement des pentes des signaux  $\Delta p(t)$  et  $x(t)$  :

$$e_{t_2-t_1} = \frac{V_M}{Q_{\text{fuite}} |1 - k_0|} \times d_{\Delta p} \quad (7)$$

$$e_{x_2-x_1} = \frac{V_M}{S p_0} \frac{k_0}{|1 - k_0|} \times d_{\Delta p} \quad (8)$$

Les mesures ont été effectuées avec différentes pressions de travail : entre 500 Pa et 700 Pa pour la fuite FUI H100 et entre 900 Pa et 1 300 Pa pour la fuite FUI H150, soit une vitesse du piston comprise entre  $65 \mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$  et  $100 \mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ .

### 7.3. Observations

#### 7.3.1. Flux gazeux de fuite aux passages étanches $Q_{pe}$

$Q_{pe}$  est proportionnel à la différence de pression  $\Delta p_{pe}$  entre le volume de garde et le volume de mesure.  $\Delta p_{pe}$  peut être estimée en fin de cycle de mesure lorsque le volume de référence Vol-R est remis en communication avec le volume tampon Vol-T. La figure 11 montre qu'en début de cycle, à la fermeture de  $V_2$ , la pression  $p_R$  augmente légèrement dans le volume de référence.

Le maximum observé pour  $\Delta p_{pe}$  est inférieur à 0,5 Pa, soit un flux gazeux de fuite aux passages étanches  $Q_{pe} < 8 \times 10^{-11} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$ , d'après les mesures effectuées au paragraphe 6.1.

#### 7.3.2. Flux gazeux parasite d'origine thermique

Les séries de mesures ont montré que les variations de températures du gaz ne pouvaient pas être estimées par des sondes de température de type Pt-100 à cause de la constante de temps élevée du corps du fluxmètre. En revanche, une corrélation a pu être établie pour les deux fuites entre la valeur du flux gazeux de la fuite et la variation temporelle de la pression de référence  $\frac{\Delta p_R}{\Delta t}$  (Fig. 12).

Lorsque  $\left| \frac{\Delta p_R}{\Delta t} \right|$  est significativement éloignée de zéro, la valeur de flux gazeux mesuré  $Q_{\text{mes}}$  est décalée par rapport à une valeur moyenne mesurée pour  $\left| \frac{\Delta p_R}{\Delta t} \right|$  proche de zéro. Pour un gaz parfait  $\frac{dp_R}{dt}$  est proportionnel à  $\frac{dT_R}{dt}$  :

$$\frac{dp_R}{dt} = \frac{p_R}{T_R} \frac{dT_R}{dt}. \quad (9)$$

Les observations traduisent la présence d'un flux gazeux thermique  $Q_{th}$  de signe opposé à  $\frac{\Delta p_R}{\Delta t}$  ce qui, d'après les équations (4) et (9), montre la prédominance du flux

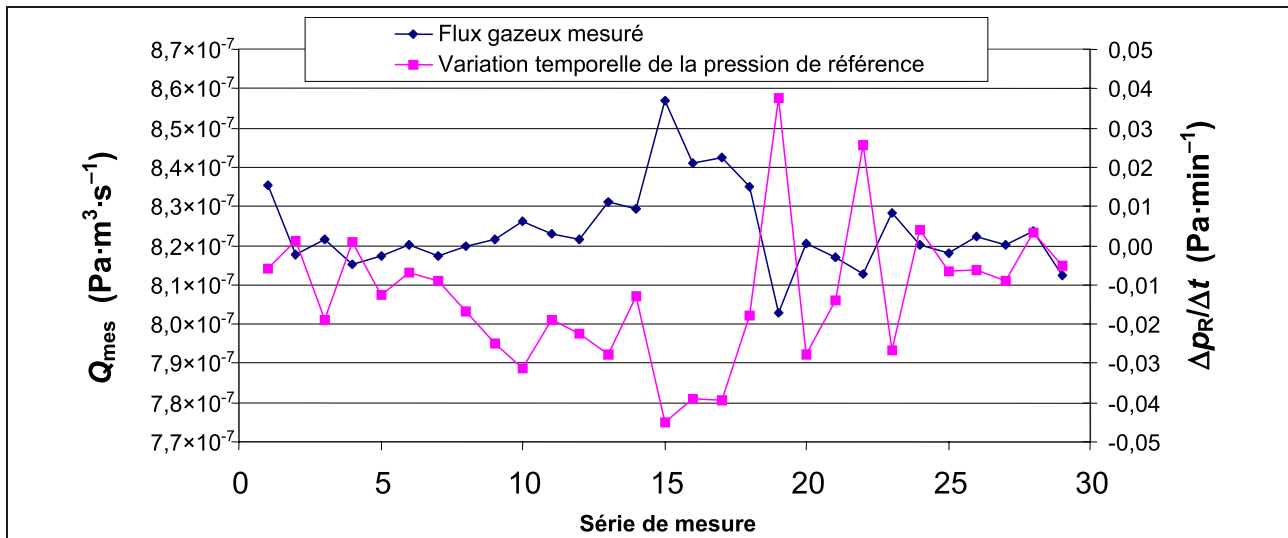


Fig. 12. – Observation du flux gazeux mesuré et de la stabilité temporelle de la pression de référence  $p_R$  pour la fuite FUI H150.

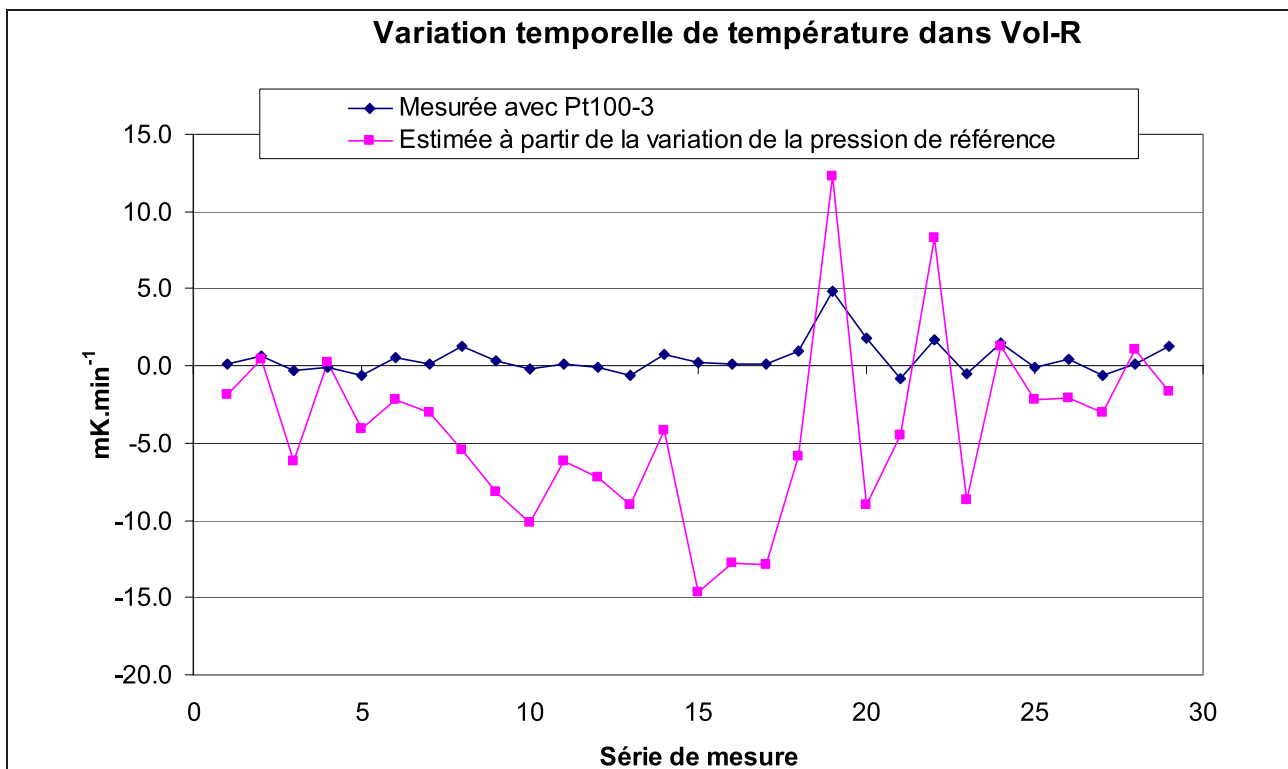


Fig. 13. – Stabilité de la température dans le volume de référence.

gazeux thermique dans le volume de référence  $Q_{thR}$ . Une partie du volume de référence est située en dehors du corps du fluxmètre (tubes de connexion) et subit de manière plus importante les variations de température dans le laboratoire, ce qui peut expliquer le phénomène observé.

Une estimation effectuée à partir des valeurs les plus élevées de  $\left| \frac{\Delta p_R}{\Delta t} \right|$  donne une influence  $\frac{Q_{th}}{Q_{mes}}$  de  $-0,70\%$  pour une variation  $\frac{\Delta p_R}{\Delta t}$  de  $+0,010 \text{ Pa}\cdot\text{min}^{-1}$ .

Par ailleurs, la différence constatée, sur l'ensemble des séries de mesure, entre la valeur de variation temporelle de température mesurée avec le thermomètre 3 et celle calculée à partir de la variation temporelle de la pression de référence permet d'estimer l'erreur commise sur la valeur de la température du gaz. La figure 13 montre que cette différence est au maximum de  $15 \text{ mK}\cdot\text{min}^{-1}$  (série de mesure n° 15). Pour un temps de mesure de 400 s, l'erreur maximum sur la mesure de température à l'aide des thermomètres Pt-100 est estimée à  $0,10 \text{ K}$ .

Tableau 7  
Évaluation de l'incertitude d'étalonnage de la fuite FUI H100.

Composantes	Incrtitude type sur la composante	Distribution	Coefficient de sensibilité	Incrtitude type
Répétabilité (écart type sur la moyenne)	$1,2 \times 10^{-3} \cdot Q_m$	Normale	1	$1,2 \times 10^{-3} \cdot Q_m$
<b>Pression</b>				
Mesure de $p_0$ avec le capteur CDG2	$9,1 \times 10^{-4} \cdot p_0$	Normale	$Q_m / p_0$	$9,1 \times 10^{-4} \cdot Q_m$
Surface du piston	$1,1 \times 10^{-4} \cdot S$	Rectangulaire	$Q_m / S$	$1,1 \times 10^{-4} \cdot Q_m$
<b>Déplacement du piston</b>				
Mesure avec le codeur	$4,0 \times 10^{-4} \cdot (x_2 - x_1)$	Normale	$Q_m / (x_2 - x_1)$	$4,0 \times 10^{-4} \cdot Q_m$
Influence de $d\Delta p$	$1,2 \times 10^{-3} \cdot (x_2 - x_1)$	Rectangulaire	$Q_m / (x_2 - x_1)$	$1,2 \times 10^{-3} \cdot Q_m$
<b>Temps</b>				
Mesure du temps (horloge PC)	$1,0 \times 10^{-4} \cdot (t_2 - t_1)$	Normale	$Q_m / (t_2 - t_1)$	$1,0 \times 10^{-4} \cdot Q_m$
Influence de $d\Delta p$	$4,5 \times 10^{-4} \cdot (t_2 - t_1)$	Rectangulaire	$Q_m / (t_2 - t_1)$	$4,5 \times 10^{-4} \cdot Q_m$
<b>Température</b>				
Détermination de la température du gaz	0,065 K	Normale	1 / T	$2,2 \times 10^{-4} \cdot Q_m$
Flux gazeux thermique $Q_{th}$	$6,4 \times 10^{-3} \cdot Q_m$	Rectangulaire	1	$6,4 \times 10^{-3} \cdot Q_m$
<b>Fuite aux passages étanches</b>				
Flux gazeux de fuite $Q_{pe}$	$4,6 \times 10^{-11} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$	Rectangulaire	$1 / (Q_m \times RT)$	$1,0 \times 10^{-4} \cdot Q_m$
<b>Incrtitude élargie (<math>k = 2</math>)</b>				<b><math>1,3 \times 10^{-2} \cdot Q_m</math></b>

#### 7.4. Budget d'incertitudes sur la mesure du flux gazeux des fuites capillaires

Les résultats d'étalonnage sont donnés en flux gazeux molaire, ramenés à une pression aval  $p_{aval0}$  de 20 Pa et 30 Pa, respectivement pour les fuites FUI H100 et FUI H150 dans l'hypothèse de l'invariance de la conductance de la fuite  $C_{fuite}$  pour une pression aval de  $p_0$  ou  $p_{aval0}$  (équations 1, 4 et 6) :

$$Q_m = \frac{1}{RT} \times S p_0 \times \frac{x_2 - x_1}{t_2 - t_1} \times \frac{p_{amont} - p_{aval0}}{p_{amont} - p_0}$$

Le terme de correction  $\frac{p_{amont} - p_{aval0}}{p_{amont} - p_0}$  est d'environ 0,46 % pour la fuite FUI H100 et 0,31 % pour la fuite FUI H150. L'incertitude sur ce terme sera donc négligée.

L'incertitude type sur  $Q_m$  est calculée à partir de la loi de propagation des variances pour des composantes indépendantes :

$$\frac{u(Q_m)}{Q_m} = \sqrt{\left(\frac{u(T)}{T}\right)^2 + \left(\frac{u(S)}{S}\right)^2 + \left(\frac{u(p_0)}{p_0}\right)^2 + \left(\frac{u(x_2 - x_1)}{x_2 - x_1}\right)^2 + \left(\frac{u(t_2 - t_1)}{t_2 - t_1}\right)^2}$$

Un critère de variation maximum de la pression de travail  $p_R$  est fixé à  $0,015 \text{ Pa} \cdot \text{min}^{-1}$  pour sélectionner les valeurs de flux gazeux dans le calcul de la moyenne, correspondant à une influence de 1,1 % sur le flux gazeux mesuré (§ 7.3.2). L'erreur maximum commise sur la mesure de température du gaz avec les thermomètres Pt-100 a été estimée à 0,10 K (demi-étendue) pour un temps de mesure de 400 s (cf. § 7.3.2). Elle est combinée à l'incertitude de mesure de la chaîne de température de 0,055 K à  $k = 2$  (Tab. 5) et à l'homogénéité du corps « trois volumes » de

0,020 K (demi-étendue, cf. § 6.2) pour calculer l'incertitude sur la mesure de la température du gaz.

La dérive du capteur CDG R-M sur le temps de mesure ( $t_2 - t_1$ ) est évaluée au maximum à 0,002 Pa lors des mesures. L'erreur relative maximum correspondante sur ( $t_2 - t_1$ ) d'une part et ( $x_2 - x_1$ ) d'autre part est calculée pour chaque série de mesure en utilisant les équations (7) et (8).

Les incertitudes présentées dans les tableaux 7 et 8 correspondent au cas le plus défavorable pour chaque composante, constaté pour les mesures individuelles de flux gazeux de chaque fuite.

La contribution du flux gazeux d'origine thermique est prépondérante, puisqu'elle représente 91 % de l'incertitude globale. Cela montre la nécessité d'installer l'enceinte isolante autour du corps du fluxmètre et des tubes de connexions le reliant aux manomètres.

#### 7.5. Résultats de la comparaison

Les fuites FUI H100 et FUI H150 ont été étalonnées avec le fluxmètre à volume constant en septembre 2009. L'incertitude type d'étalonnage a été estimée à  $5,5 \times 10^{-3} \times Q$  [2] à laquelle il convient cependant d'ajouter un talon de  $2 \times 10^{-9} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ , correspondant à la méconnaissance du flux gazeux thermique dans l'installation pour une pression aval de 30 Pa, et un terme dû à la dérive sur trois mois de la fuite de  $1,5 \times 10^{-3} \times Q$ . L'incertitude sur la différence de flux gazeux mesuré par les deux fluxmètres ne tient pas compte de l'influence de la température sur la fuite capillaire. En effet, lors des deux étalonnages, la température est du même ordre de grandeur (écart inférieur à 0,3 K) et le coefficient de température de la fuite est faible (inférieur à  $0,2 \% \cdot \text{K}^{-1}$ ). Le

Tableau 8  
Évaluation de l'incertitude d'étalonnage de la fuite FUI H150.

Composantes	Incertitude type sur la composante	Distribution	Coefficient de sensibilité	Incertitude type
<b>Répétabilité (écart type sur la moyenne)</b>	$1,5 \times 10^{-3} \cdot Q_m$	Normale	1	$1,5 \times 10^{-3} \cdot Q_m$
<b>Pression</b>				
Mesure de $p_0$ avec le capteur CDG2	$7,9 \times 10^{-4} \cdot p_0$	Normale	$Q_m / p_0$	$7,9 \times 10^{-4} \cdot Q_m$
<b>Surface du piston</b>	$1,1 \times 10^{-4} \cdot S$	Rectangulaire	$Q_m / S$	$1,1 \cdot 10^{-4} \cdot Q_m$
<b>Déplacement du piston</b>				
Mesure avec le codeur	$4,0 \times 10^{-4} \cdot (x_2 - x_1)$	Normale	$Q_m / (x_2 - x_1)$	$4,0 \times 10^{-4} \cdot Q_m$
Influence de $d\Delta p$	$7,2 \times 10^{-4} \cdot (x_2 - x_1)$	Rectangulaire	$Q_m / (x_2 - x_1)$	$7,2 \times 10^{-4} \cdot Q_m$
<b>Temps</b>				
Mesure du temps (horloge PC)	$1,0 \times 10^{-4} \cdot (t_2 - t_1)$	Normale	$Q_m / (t_2 - t_1)$	$1,0 \times 10^{-4} \cdot Q_m$
Influence de $d\Delta p$	$4,5 \times 10^{-4} \cdot (t_2 - t_1)$	Rectangulaire	$Q_m / (t_2 - t_1)$	$4,5 \times 10^{-4} \cdot Q_m$
<b>Température</b>				
Détermination de la température du gaz	0,065 K	Normale	1 / T	$2,2 \times 10^{-4} \cdot Q_m$
Flux gazeux thermique $Q_{th}$	$6,4 \times 10^{-3} \cdot Q_m$	Rectangulaire	1	$6,4 \times 10^{-3} \cdot Q_m$
<b>Fuite aux passages étanches</b>				
Flux gazeux de fuite $Q_{pe}$	$4,6 \times 10^{-11} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$	Rectangulaire	$1 / (Q_m \times RT)$	$5,6 \times 10^{-5} \cdot Q_m$
<b>Incertitude élargie (<math>k = 2</math>)</b>				<b><math>1,3 \times 10^{-2} \cdot Q_m</math></b>

Tableau 9

Résultats de la comparaison entre le fluxmètre gazeux à pression constante ( $p \cdot \Delta V$ ) et le fluxmètre gazeux à volume constant ( $V \cdot \Delta p$ ).

Identification de la fuite	Mesure sur le banc $V \cdot \Delta p$ (en $\text{mol} \cdot \text{s}^{-1}$ )	Mesure sur le banc $p \cdot \Delta V$ (en $\text{mol} \cdot \text{s}^{-1}$ )	Différence relative $p \cdot \Delta V - V \cdot \Delta p$ (en %)	Incertitude sur la différence ( $k = 2$ ) (en %)	Erreur normalisée
FUI H100	$1,871 \times 10^{-10}$	$1,861 \times 10^{-10}$	-0,57	2,4	-0,24
FUI H150	$3,409 \times 10^{-10}$	$3,389 \times 10^{-10}$	-0,60	2,1	-0,29

tableau 9 et la figure 14 présentent les résultats de la comparaison. Le fluxmètre gazeux à volume constant est dénommé «  $V \cdot \Delta p$  » et le fluxmètre à pression constante «  $p \cdot \Delta V$  ».

Un écart systématique relatif de l'ordre 0,6 % est constaté entre les deux méthodes.

## 8. Évaluation de l'incertitude d'utilisation du fluxmètre gazeux pour l'expansion continue

Le budget d'incertitudes réalisé sur l'étalonnage de la fuite capillaire FUI H permet d'évaluer par calcul l'incertitude sur le flux gazeux délivré par le fluxmètre dans le cadre de son utilisation avec la méthode de l'expansion continue, avec un facteur  $k_0 = 2$  (§ 7.2) et une vitesse de piston  $v$  de  $90 \mu\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$ . La contribution du flux gazeux d'origine thermique  $Q_{th}$ , qui est la composante principale dans l'incertitude du flux gazeux molaire (Tab. 7 et 8), est donc estimée à la même valeur relative que lors de l'étalonnage de la fuite. La mise en place de l'enceinte isolante devrait permettre de réduire sa contribution. Le flux gazeux est généré en réglant la conductance de la vanne de micro-fuite  $V_{MF}$  et la différence de pression de part et d'autre de la vanne, équivalente à  $p_0$  (la pression  $p_1$  sur la figure 1 est négligeable devant  $p_0$ ).

Pour un flux gazeux donné, il sera théoriquement possible d'abaisser la pression  $p_0$ , en augmentant la conductance de  $V_{MF}$ , et ainsi diminuer la contribution relative de  $Q_{th}$ . En revanche, le temps de mesure sera allongé en proportion, pour une course identique du piston. La contribution  $Q_{pe}$  est estimée identique à celle du tableau 8 en valeur relative, car *a priori* proportionnelle à  $p_0$ . Les calculs des autres composantes ont été effectués avec une course du piston de 20 mm pour les flux gazeux entre  $4 \times 10^{-12} \text{ mol} \cdot \text{s}^{-1}$  et  $3 \times 10^{-11} \text{ mol} \cdot \text{s}^{-1}$  et une course de 10 mm pour les flux gazeux supérieurs. Sur la première décade de la gamme de flux gazeux, c'est la contribution de la dérive court terme du capteur CDG R-M sur la détermination de  $(x_2 - x_1)$  qui devient prépondérante.

Une répétabilité de l'ordre de 0,5 % a été estimée à partir de la dispersion constatée sur l'étalonnage de la fuite FUI H. La contribution de la vanne de micro-fuite (stabilité à court terme de sa conductance) sur la stabilité du flux gazeux généré n'a pas été prise en compte dans l'incertitude sur le flux gazeux présenté sur la figure 15.

## 9. Conclusion et perspectives

Le développement d'une référence primaire pour la mesure des flux gazeux entre  $4 \times 10^{-12} \text{ mol} \cdot \text{s}^{-1}$  et

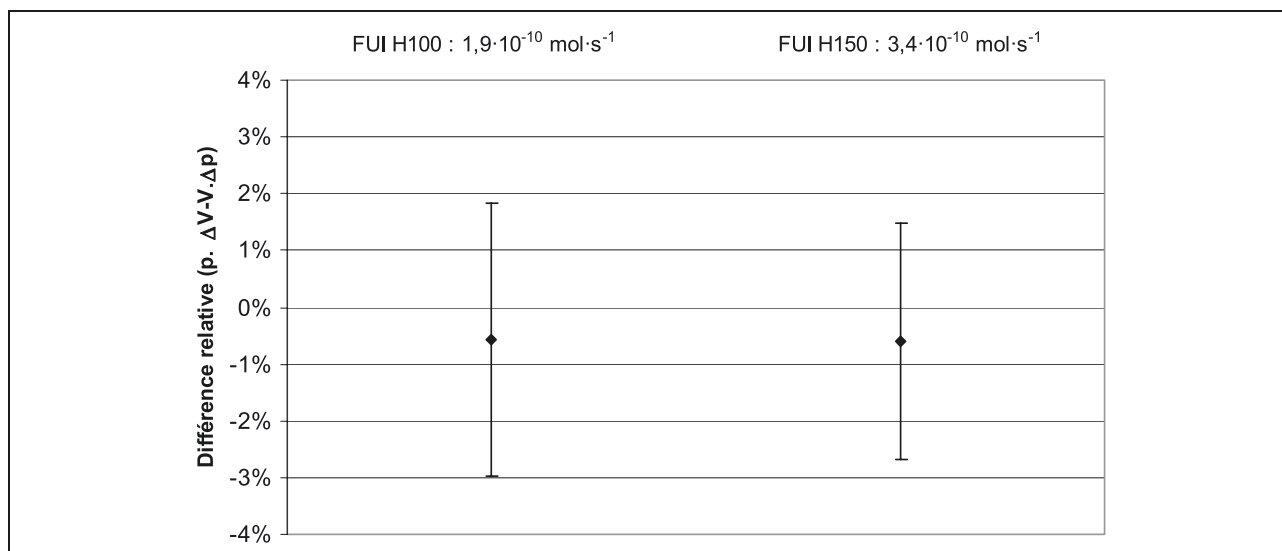


Fig. 14. – Différences relatives entre les flux gazeux de FUI H100 et FUI H150 mesurés sur le fluxmètre à pression constante (12/2009) et le fluxmètre à volume constant (09/2009). Les barres verticales représentent l'incertitude combinée sur l'écart entre les deux fluxmètres.

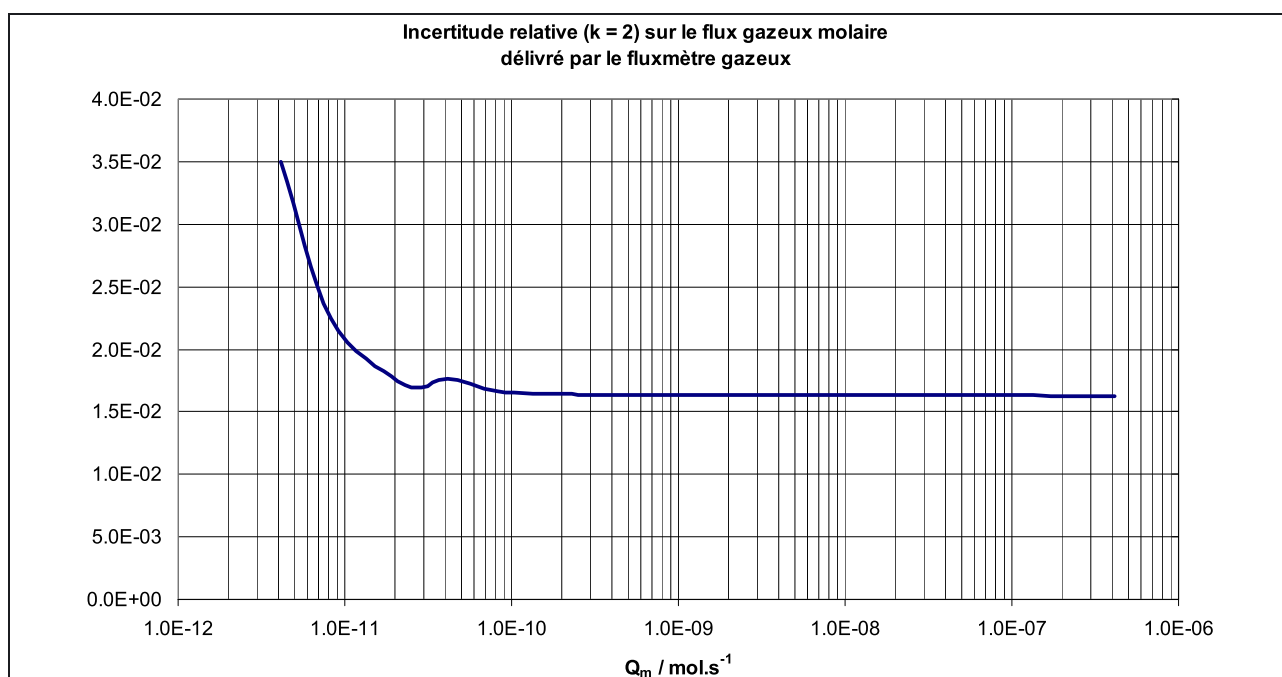


Fig. 15. – Incertitude relative élargie calculée sur le flux gazeux molaire délivré par le fluxmètre gazeux dans le cadre de l'utilisation avec l'expansion continue.

$4 \times 10^{-7} \text{ mol}\cdot\text{s}^{-1}$  au LNE a été mené avec succès. L'amélioration des incertitudes de mesure dans le domaine des pressions absolues inférieures à  $10^{-3} \text{ Pa}$  par la méthode de l'expansion continue peut être initiée dans de bonnes conditions.

Le flux gazeux d'origine thermique dû aux variations de température dans les volumes de mesure et de référence contribue de manière importante à l'incertitude sur le flux gazeux mesuré. Celui-ci sera réduit par la mise en place de l'enceinte d'isolation thermique, pour atteindre

l'objectif initial sur l'incertitude de mesure de flux gazeux fixé à 1,0 %.

Une collaboration est envisagée avec le laboratoire de débitmétrie du LNE qui étudie pour l'azote les nanodébits entre  $20 \text{ ng}\cdot\text{s}^{-1}$  et  $20 \text{ }\mu\text{g}\cdot\text{s}^{-1}$  ( $1,1 \times 10^{-7} \text{ mol}\cdot\text{s}^{-1}$  et  $7,1 \times 10^{-6} \text{ mol}\cdot\text{s}^{-1}$ ) et les microdébits entre  $3 \text{ }\mu\text{g}\cdot\text{s}^{-1}$  et  $200 \text{ }\mu\text{g}\cdot\text{s}^{-1}$  ( $7,1 \times 10^{-10} \text{ mol}\cdot\text{s}^{-1}$  et  $7,1 \times 10^{-7} \text{ mol}\cdot\text{s}^{-1}$ ), référencés à la pression atmosphérique. Des comparaisons avec le fluxmètre gazeux pourront dès lors être envisagées sur le domaine  $200 \text{ ng}\cdot\text{s}^{-1}$  à  $20 \text{ }\mu\text{g}\cdot\text{s}^{-1}$ .



## Références

- [1] BARON F., « Contribution à la métrologie des très basses pressions absolues », Mémoire d'ingénieur CNAM, 2002, 87 pages.
- [2] OTAL P., LEGRAS J.-C. et BOINEAU F., « Étalonnage des fuites d'hélium : méthodes de référence et dissémination de  $10^{-10}$  Pa·m<sup>3</sup>·s<sup>-1</sup> à  $10^{-2}$  Pa·m<sup>3</sup>·s<sup>-1</sup> », *Revue française de métrologie*, **17**, 2009, 3-9.
- [3] MORGADO I., « Conception et réalisation d'une chaîne complète d'étalonnage pour la mesure des débits de fuites de fluides frigorigènes », Thèse de doctorat de l'ENSMP, 2008, 166 pages.
- [4] JOUSTEN K., MENZER H. et NIEPRASCHK R. "A new fully automated gas flowmeter at the PTB for flow rates between  $10^{-13}$  mol·s<sup>-1</sup> and  $10^{-6}$  mol·s<sup>-1</sup>", *Metrologia*, **39**, 2002, 512-529.
- [5] EHRLICH C.D. et TISON S.A., NIST Leak Calibration Service, *NIST Special Publication*, 1992, n° 250-38.
- [6] CALCATELLI A., RAITERI G. et RUMIANO G., "The IMGC-CNR flowmeter for automatic measurements of low-range gas flows", *Measurement*, **34**, 2003, 121-132.
- [7] COURTIER F. et GIACOMO P., « Vocabulaire de la mesure », *Techniques de l'ingénieur*, **R113**, 2003, § 3.1.5.2.

---

Article reçu le 15 février 2010, version révisée reçue le 18 novembre 2010.