

# Masse et grandeurs apparentées

## *Mass and related quantities*

### 1. Introduction

Les travaux menés en 2005 en « masse et grandeurs apparentées » qui sont détaillés dans les lignes qui suivent ont fait intervenir deux laboratoires nationaux de métrologie (le LNE-INM au CNAM et le LNE/CMSI) ainsi que trois laboratoires associés (le laboratoire de métrologie dynamique de l'Ensam-Paris, LNE-ENSAM/LMD, le laboratoire associé de débitmétrie gazeuse, LNE-LADG, ainsi que les laboratoires de débitmétrie liquide et d'anémométrie du Cetiati, LNE-CETIAT). Suite à l'arrêt de l'activité en tant que laboratoire associé du CEA-Cesta en accélérométrie, ce domaine est maintenant pris en charge par le LNE/CMSI.

### 2. LNE-INM

#### 2.1. Mise en œuvre des nouveaux laboratoires

L'activité a été marquée par la préparation et le début du déménagement des laboratoires situés à Paris dans les nouveaux locaux du LNE-INM situés à La Plaine-Saint-Denis. En 2005 ont été déménagés les ateliers de mécanique et de polissage, l'expérience de spectrométrie de masse de thermodésorption, le dispositif à effet mirage, le banc de pesée hydrostatique et le rugosimètre optique. Le déménagement des laboratoires sera poursuivi pendant le premier semestre 2006.

#### 2.2. Masse volumique de l'air

Concernant la mesure de la fraction molaire de l'argon dans l'air pour le calcul de la masse volumique de l'air en utilisant la formule CIPM-1981/91, le laboratoire a présenté des premières mesures au groupe de travail « Étalons de masse » du CCM en avril 2005. Bien que les incertitudes demeurent encore élevées pour conclure, les résultats ne permettent pas d'expliquer le biais constaté en employant la formule CIPM-1981/91 pour calculer la masse volumique de l'air. Le laboratoire poursuit ses études en envisageant le cas d'un effet combiné d'une erreur sur la valeur de la fraction molaire de l'argon et d'une erreur sur la valeur de l'humidité due en particulier à un problème de discrétion des hygromètres à point de rosée.

### 2.3. Étude physico-chimique des étalons de masse

Concernant le platine iridié, les résultats des études entreprises ont fait l'objet d'une thèse de doctorat de sciences soutenue en 2005. Celle-ci présente la synthèse des différentes études portant sur cet alliage qui sert de référence pour caractériser d'autres matériaux susceptibles d'être utilisés pour la fabrication des étalons de masse.

Concernant les études de matériaux par réflectométrie et fluorescence X, une dizaine d'échantillons polis (surfaces cristallines, métaux purs et alliages métalliques) ont été étudiés du point de vue de leur rugosité superficielle. Le choix diversifié de ces surfaces vise à répondre à un objectif de comparaison des densités spectrales de puissance X et optique. Une partie de ces échantillons (iridium et platine iridié) a été caractérisée en relation avec les différentes études menées dans le cadre de l'expérience de balance du watt et du projet Euromet n° 734 (*Study of materials for the realisation of mass standards*). Ces travaux ont permis d'améliorer la connaissance du polissage (état de surface en fonction de la taille du grain final employé) et amènent à s'interroger sur la notion d'interface (ou plutôt de couches superficielles) entre le milieu ambiant et l'échantillon étudié.

### 3. LNE/CMSI

#### 3.1. Masse

En masse, la mise en service et la qualification d'un nouveau comparateur équipé d'un automate ont été effectuées. Les incertitudes de comparaison obtenues sont conformes à celles attendues et confirment ainsi la supériorité de l'automate du comparateur A5 qui peut travailler en différé (la nuit par exemple) sur le comparateur manuel UMX5 nécessitant le recours à un opérateur. Les performances du nouveau comparateur A5 ont pu ainsi permettre l'étalonnage en série fermée des références nationales de masse de 5 g à 1 mg avec des écarts types de comparaison réduits d'un facteur compris, suivant les valeurs nominales, entre 3 et 5.

En masse volumique, l'installation d'étalonnage des liquides de référence s'est vue équipée de nouveaux plongeurs (étalons solides de volume) d'une stabilité face aux contraintes thermiques quatre fois supérieure à celle des précédents étalons utilisés.

Concernant l'étude sur la masse volumique de l'air, les premières mesures réalisées au LNE ont permis de confirmer un écart observé significatif entre la masse volumique de l'air déterminée par méthode gravimétrique à partir de la comparaison d'artefacts et celle obtenue par calcul à partir de la formule du CIPM.

Parallèlement la différence observée au cours de récents travaux du BIPM et du KRISS entre la fraction molaire d'argon mesurée et celle adoptée dans la formule du CIPM est aussi confirmée par le LNE au moyen de mesures réalisées par chromatographie en phase gazeuse.

Les différentes études visant à sélectionner de nouveaux matériaux pour la réalisation d'étalons de masse, tant au niveau de la balance du watt que des références secondaires, se sont poursuivies en 2005.

L'étude relative aux références secondaires a débouché sur la sélection d'un superalliage à base de nickel : l'Udimet 720. Ce matériau présente de nombreux avantages par rapport aux aciers inoxydables, comme une grande propreté métallurgique (fig. 1), une dureté élevée, une susceptibilité magnétique faible ou encore une grande inertie chimique. Les résultats de ces études sont développés dans une thèse de doctorat dont la soutenance a eu lieu en 2005.

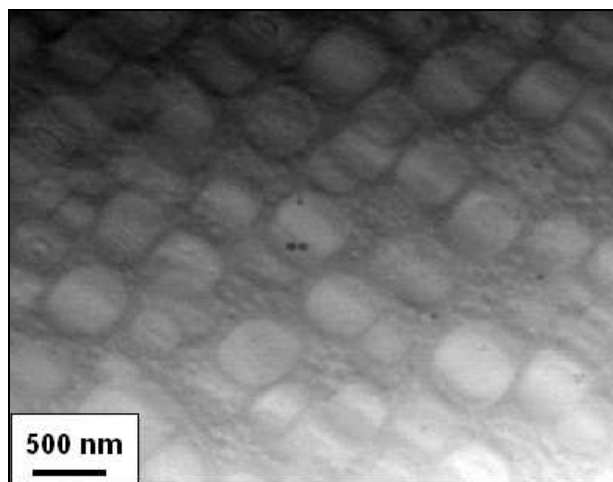


Fig. 1. – Micrographie de l'Udimet 720.

### 3.2. Viscosité

L'étude sur le viscosimètre à chute de bille a été achevée avec la comparaison entre le viscosimètre à chute de bille et la méthode capillaire en utilisant quatre huiles différentes. Ceci a permis de définir le seuil de viscosité à partir duquel l'utilisation du viscosimètre à chute de bille donne une meilleure incertitude que les viscosimètres capillaires. D'autre part, la mise en œuvre de la méthode *step-down*, partant, à l'inverse de la méthode *step-up*, d'une huile très visqueuse étalonnée avec le viscosimètre à chute de bille pour étalonner tous les viscosimètres de l'échelle a permis de valider la valeur de la viscosité de l'eau et son incertitude. Les résultats obtenus sont cohérents et satisfaisants

### 3.3. Force et couple

La comparaison clé en force à 50 kN (CCM.F-K2) a été effectuée. A ce jour, les résultats ne sont pas communiqués. Au préalable, la cohérence des forces entre le banc de 50 kN et celles développées par des ensembles de masses étalons du centre d'étalonnage masse du LNE a été vérifiée.

L'intégration complète du banc de référence couple de 50 N·m a été finalisée (informatique, automatisme, mécanique, branchements et câblage). Des travaux complémentaires pour la mise en conformité CE ont été réalisés. Préalablement à sa mise en place, la réception du banc est en cours dans les locaux où le banc a été assemblé. L'ajustage et l'étalonnage final des chaînes de masse ainsi que l'étalonnage du bras de levier seront réalisés après réception lors du transfert du banc à son emplacement définitif. L'étude d'une chaîne de masses complémentaires pour les très faibles couples (< 5 N·m), destinée à être utilisée avec le banc de référence de 50 N·m a été effectuée. La réalisation et la qualification sont en cours.

Concernant le banc de 5 kN·m, la réalisation des chaînes de masses s'est poursuivie par l'approvisionnement et l'usinage des disques externes. La pesée et l'ajustage initial sont en cours.

### 3.4. Pression

La qualification de la référence nationale de pression constituée du manomètre numérique à piston rotatif 15 kPa s'est poursuivie dans le domaine des faibles pressions absolues. Une étude systématique de la correction de transpiration thermique sur les capteurs à membrane capacitive a été effectuée à l'aide de ce manomètre de référence 15 kPa. En complément des mesures comparatives effectuées au préalable entre plusieurs capteurs à membrane capacitive, cette étude permet de conclure définitivement que chaque capteur à membrane capacitive a son propre comportement pour les pressions inférieures à 2 Pa. Cette étude a été effectuée en réalisant un pompage moléculaire sur la chambre de référence du manomètre qui a permis d'atteindre une pression absolue de l'ordre de 0,5 Pa.

Le renforcement de la cohérence entre les mesures de pression d'huile et de gaz, dans le domaine de 0,4 MPa à 10 MPa, nécessaire pour l'extrapolation de la référence primaire APX fonctionnant au gaz vers la balance de référence haute pression fonctionnant à l'huile, a été réalisé. L'étude a nécessité la mise au point au meilleur niveau d'incertitude de la méthode de comparaison de deux balances de pression à l'aide d'un capteur de pression différentielle.

Dans le cadre du développement de la balance de référence haute pression, les trois blocs de mesure de la troisième étendue de mesure, 1,5 MPa à 50 MPa, livrés début 2005, ont été installés. De premières mesures de qualification - mesure du jeu au montage, détermination de la section effective à pression nulle et comparaison

avec l'étendue 6 MPa à 600 MPa - ont été effectuées. Par ailleurs les calculs récents de coefficients de déformation, réalisés sur le bloc de mesure 30 MPa à 1 000 MPa ont été adaptés au bloc 200 MPa. Ils ont montré une meilleure cohérence entre les calculs par éléments finis et les résultats expérimentaux obtenus sur un ensemble piston-cylindre. Les dernières conclusions semblent indiquer que les divergences constatées jusqu'ici seraient liées à la connaissance des conditions aux limites, et de la géométrie réelle du jeu, en particulier de la conicité engendrée par le défaut de parallélisme des génératrices du piston et du cylindre, accessible par mesures dimensionnelles.

Sur le plan international, les résultats de la comparaison clé dans le domaine de 10 MPa à 100 MPa ont été publiés. Les résultats du LNE sont très satisfaisants, notamment sur la connaissance des coefficients de déformation où l'écart de la valeur du LNE par rapport à la valeur de référence est de  $0,001 \cdot 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$  pour une incertitude type annoncée de  $0,04 \cdot 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$ , et quand la meilleure incertitude estimée par la communauté des laboratoires est de  $0,1 \cdot 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$ . Le LNE a participé en tant que co-organisateur à la 4<sup>e</sup> Conférence Internationale sur la métrologie des pressions de  $10^{-9} \text{ Pa}$  à  $10^9 \text{ Pa}$  organisée par les Groupes de Travail Pression du CCM à Londres en avril 2005. Quatre contributions ont été présentées par le LNE, qui a également participé en tant que co-auteur à deux autres contributions scientifiques et à trois contributions sur des résultats de comparaisons.

### 3.5. Acoustique

L'année 2005 s'inscrit dans la continuité de l'effort de recherche entamé depuis trois ans avec pour objectif la caractérisation de l'impédance acoustique de l'oreille artificielle utilisée en audiométrie. L'un des points marquants de cette année a été la soutenance de la thèse de doctorat dans le cadre de ces travaux.

Le travail de recherche, publié dans le mémoire de thèse, a consisté à assainir les bases théoriques communément admises pour l'acoustique des cavités et notamment pour celles utilisées dans l'étalonnage des microphones par la méthode de réciprocité. En effet, celles-ci reposaient sur un modèle de propagation « onde plane » très simplifié sur lequel venaient se greffer deux termes correctifs : un pour le registre des basses fréquences prenant en compte les effets d'absorption thermique des parois et un autre pour le domaine des hautes fréquences prenant en compte les ondes radiales. Ces modèles ne reposaient pas sur des hypothèses claires et solidement fondées aussi, après la remise en cause, en 2004, des théories relatives aux basses fréquences, un modèle global a été élaboré en 2005 permettant la prise en charge des hautes fréquences. Même si tous les problèmes ne sont pas encore réglés, ces travaux permettent désormais des modélisations de cavités sur des bases saines et les publications de ces travaux devraient aboutir à terme à une révision de la norme internationale sur le sujet.

### 3.6. Accélérométrie

Le LNE a repris les activités du CEA-Cesta pour les références nationales de vibrations et choc. Un nouveau laboratoire destiné à ce domaine métrologique a été installé et le banc de vibration sinusoïdale en moyenne fréquence a été transféré (fig. 2). La remise en service de ce banc avec une demande d'accréditation du Cofrac est prévue pour 2006. L'étude de la rénovation de nombreux sous-ensembles de ce banc a été entreprise et une grande partie des éléments nécessaires à cette rénovation a été approvisionnée.



Fig. 2. – Vue d'ensemble de la référence nationale en vibration sinusoïdale transférée au LNE.

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

Les travaux menés ont pour objectif d'étendre les possibilités vers des pressions supérieures à 1 MPa. Dans le domaine des basses fréquences, le dispositif à ouverture rapide DOR200 est maintenant mis à niveau et opérationnel. L'étude et la conception du dispositif à ouverture rapide moyenne pression DOR40 sont terminées (fig. 3).



Fig. 3. – Vue CAO du dispositif à ouverture rapide moyenne pression (DOR40).

Les dessins de définition des pièces maîtresses sont en cours de conception et quelques parties sont en cours de réalisation. Ce générateur d'échelons permettra de faire la transition entre les basses et les hautes pressions.

## **5. LNE-LADG : Débitmétrie gazeuse**

Les travaux d'harmonisation des références de débit européennes (avec le PTB et le NMI) ont été poursuivis en 2005 et les premiers résultats des comparaisons ont été analysés lors de trois réunions à Alfortville, Delft et Dorsten. A l'issue de ces travaux, l'annexe 1 du protocole d'harmonisation a été matérialisée et complétée de même que les travaux à mener dans les années futures ont été définis.

Des vannes à fermeture rapide ont été installées sur le banc de référence « Piscine » de GDF (LADG à Alfortville) utilisé pour l'étalonnage primaire des tuyères. Le programme de rénovation mené sur le banc haute pression du Cesame (LADG à Poitiers) a été poursuivi. Les travaux ont concerné le remplacement de capteurs, de tuyères et la refonte des logiciels. Ce programme touche à présent à sa fin, l'ensemble des opérations a été réalisé et testé en parallèle et indépendamment des installations existantes de manière à ne pas perturber l'activité.

## **6. LNE-CETIAT**

### **6.1. Débitmétrie liquide**

Le laboratoire de débitmétrie des liquides a engagé en 2005 une étude visant à réduire l'incertitude due au basculement du partiteur de débit mis en œuvre sur son banc d'étalonnage gravimétrique. Une étude des différents partiteurs optimisés réalisés récemment par différents laboratoires nationaux de métrologie a été effectuée. La solution technique retenue est proche du partiteur réalisé par le NMIJ (Japon). Le dimensionnement et la construction d'un partiteur rotatif à doubles ailes ont été réalisés. Celui-ci est sur le point d'être implanté sur le banc d'étalonnage de référence. Dans le cadre de cette étude une collaboration avec le NMIJ a été engagée.

### **6.2. Anémométrie**

Le laboratoire d'anémométrie a mis en œuvre cette année des équipements pour améliorer la qualité de la connaissance des faisceaux laser (lambdamètre, analyseur de faisceau et puissance-mètre) sur les anémomètres à effet Doppler équipant les deux bancs de référence.

Le laboratoire a entamé une étude concernant le raccordement de l'angle entre les faisceaux laser. La méthode retenue repose sur la mesure de la vitesse sur la tranche d'un disque dont on connaît la vitesse de rotation et le rayon, ce qui permet de déduire l'angle à partir de la fréquence Doppler mesurée.