## Masse et grandeurs apparentées

# Mass and related quantities

## 1. Introduction

Les travaux menés en 2007 en « masse et grandeurs apparentées », détaillés dans les lignes qui suivent, ont fait intervenir deux laboratoires nationaux de métrologie (le LNE-INM au CNAM et le LNE/CMSI) ainsi que trois laboratoires associés (le Laboratoire de métrologie dynamique de l'ENSAM-Paris, LNE-ENSAM/LMD, le Laboratoire associé de débitmétrie gazeuse, LNE-LADG, ainsi que les laboratoires de débitmétrie liquide et d'anémométrie du CETIAT, LNE-CETIAT).

#### 2. LNE-INM

#### 2.1. Enceinte d'étude sous vide

L'enceinte à vide destinée à recevoir à terme le futur comparateur de masses/forces multifonction a été terminée en 2007. Cette enceinte en acier inoxydable de 860 mm de diamètre et de 1 300 mm de hauteur est équipée d'une pompe turbomoléculaire et d'une pompe ionique permettant d'atteindre un vide de l'ordre de  $10^{-4}$  Pa. Elle est équipée d'un spectromètre de masse et de jauges à vide. De multiples passages étanches ont également été prévus pour les besoins des différentes expériences. Cette enceinte est optimisée pour réaliser :

- des essais de tenue au vide de systèmes opto-électromécaniques ;
- des études de comportement dynamique de systèmes mécaniques ;
- des analyses physico-chimiques de surface.

En 2007, l'enceinte a été utilisée pour l'étude du comportement dynamique sous vide du dispositif à quadruple cardan pour l'expérience française de balance du watt (fig. 1).

#### 2.2. Extension des possibilités du rugosimètre optique

Afin d'accroître le domaine de fréquences spatiales accessibles avec le rugosimètre optique, un laser à 543 nm a été installé ainsi que les composants optiques associés (lame séparatrice, photodiode de contrôle de stabilité du laser, duplication des moyens de mesure pour la photodiode de contrôle et pour l'intensité de lumière diffusée...). L'incidence retenue étant voisine de 70°, le domaine de fréquences spatiales accessibles s'étend de  $10^{-3} \,\mu m^{-1}$  à  $2,2 \cdot 10^{-2} \,\mu m^{-1}$  au lieu de  $3,1 \cdot 10^{-3} \,\mu m^{-1}$  à  $1,7\cdot10^{-2} \,\mu\text{m}^{-1}$  avec le laser à 633 nm utilisé sous incidence de 46°. Cette modification a nécessité l'adaptation du programme d'acquisition. La lumière diffusée autour de la réflexion spéculaire étant trop forte pour être mesurée avec le photomultiplicateur, un montage utilisant une barrette de photodiodes est en cours de montage. En 2007, le rugosimètre optique a été mis en œuvre pour des études de caractérisation de surface de matériaux pour l'expérience française de balance du watt.



Fig. 1. – Enceinte à vide dans la salle propre ; le cadre en haut à gauche représente le montage d'étude du quadruple cardan en cours d'essai dynamique sous vide, au travers du hublot.

#### 3. LNE/CMSI

#### 3.1. Masse

Après la réalisation, la qualification et l'étalonnage en 2006 de jeux de micro-étalons de référence et de travail de 100  $\mu$ g, 200  $\mu$ g et 500  $\mu$ g, ainsi que deux jeux de 100  $\mu$ g à 900  $\mu$ g (par pas de 100  $\mu$ g), la mesure des écarts de sensibilité des comparateurs de référence du LNE/CMSI a été poursuivie. Cette opération a nécessité de développer des supports adaptés aux comparateurs. L'extension des possibilités d'étalonnage aux micro-étalons a été validée par l'extension de l'accréditation délivrée par le Cofrac jusqu'à 100  $\mu$ g avec l'aide d'un expert provenant d'un laboratoire national de métrologie européen.

Une nouvelle mesure de la fraction molaire de l'argon dans l'air par analyse chromatographique en phase gazeuse a été effectuée par le laboratoire de chimie du LNE en 2007. Cette mesure a été effectuée sur un échantillon d'air ayant été déshydraté. Les résultats sont en accord avec les mesures précédentes et avec celles effectuées par le KRISS et le BIPM. Ces résultats ont été publiés et ont contribué aux travaux liés à la révision de la formule du CIPM pour le calcul de la masse volumique de l'air.

#### 3.2. Masse volumique

Une nouvelle installation d'étalonnage en masse volumique des liquides de référence par pesée hydrostatique a été réalisée. Elle comporte (fig. 2) :

- une enceinte de type réacteur contenant le liquide à étalonner ;
- une enceinte thermostatée contenant de l'eau (fluide utilisé pour la régulation) et recevant le réacteur.

Les premières caractérisations ont été effectuées entre 10 °C et 40 °C. Les résultats montrent que l'installation répond au cahier des charges fixé, qui est la caractérisation et l'étalonnage de liquides de référence pour fournir la traçabilité nécessaire, notamment aux densimètres électroniques des utilisateurs industriels et de la recherche.



Fig. 2. – Vue du réacteur dans l'enceinte thermostatée : en premier plan apparaît le système d'accrochage du plongeur et de chargement-déchargement ; l'enceinte comporte quatre ouvertures latérales pour vérifier le centrage du plongeur.

Afin de pouvoir assurer le raccordement des densimètres électroniques, le laboratoire a également étudié quatre liquides couvrant une plage de masses volumiques comprises entre 700 kg/m<sup>3</sup> et 1 800 kg/m<sup>3</sup>. Les premiers résultats montrent des écarts relatifs entre les valeurs modélisées et les mesures inférieurs à  $2 \cdot 10^{-6}$ , ce qui est adapté au besoin.

#### 3.3. Accélérométrie

En 2007, les travaux de qualification du nouveau banc absolu de vibration sinusoïdale en moyennes et hautes fréquences ont été poursuivis. Les travaux de qualification sont effectués par comparaison avec le banc transféré du CEA en 2005. Concernant le domaine des basses fréquences, pour lequel il existe des besoins non couverts, le laboratoire a approvisionné un excitateur spécifique. Celui-ci permettra de faire des mesures entre 0,2 Hz et 200 Hz. Un bloc de granit de plus d'une tonne a été approvisionné pour constituer le massif sismique destiné à recevoir l'excitateur. L'ensemble a été installé dans le laboratoire d'accélérométrie du LNE à Trappes (fig. 3). Les premières mesures effectuées à l'aide de cet excitateur et de l'excitateur de la référence de vibration absolue sur leur domaine commun (à partir de 10 Hz) montrent des résultats équivalents.



Fig. 3. – Excitateur basse fréquence sur son massif sismique.

#### 3.4. Pression

Les travaux liés à la mise en œuvre de la référence 50 MPa ont été poursuivis. Cette référence a pour objectif d'améliorer le recouvrement entre les références 10 MPa et 200 MPa. En effet, avant la mise en place des ensembles piston-cylindre de 50 MPa, les ensembles 200 MPa étaient directement raccordés aux références 10 MPa, ce qui correspondait à un taux de recouvrement de 2 %, contre 20 % aujourd'hui. Les travaux ont porté sur la caractérisation des ensembles 50 MPa par des comparaisons en pression et des mesures dimensionnelles. Les mesures en pression ont consisté à comparer des ensembles piston-cylindre deux à deux en les équilibrant sous pression pour déterminer les rapports de leurs sections effectives. Dans un premier temps, les ensembles 50 MPa ont été comparés aux ensembles 10 MPa et 200 MPa puis, dans un second temps, les ensembles 50 MPa ont été comparés entre eux. Ces mesures ont fourni des valeurs des coefficients de déformation proches des valeurs théoriques obtenues par les lois de résistance des matériaux ou par la méthode des éléments finis. D'autre part, les rapports de sections obtenus par comparaisons croisées reflètent la bonne corrélation des sections. Une dispersion élevée sur les sections effectives reste néanmoins à expliquer. Une étude paramétrique faite par la méthode des éléments finis a mis en évidence qu'une erreur sur les données géométriques peut expliquer ces dispersions. Des mesures de rectitude ont été réalisées sur un ensemble d'étendue 50 MPa afin de prendre en compte ce paramètre dans le calcul des coefficients de déformation par éléments finis. Néanmoins les résultats ne sont pour l'instant pas satisfaisants et des mesures complémentaires vont être effectuées.

L'étude des déformations par calculs par éléments finis avait montré que le positionnement des joints de contrepression dans les blocs de mesure des balances de pression pouvait expliquer des écarts constatés lors du démontage et du remontage des ensembles piston-cylindre. Pour s'affranchir de ce phénomène, une nouvelle disposition des joints a été définie au cours des années précédentes sur les blocs de mesure de la référence de 50 MPa. Afin de limiter la composante d'incertitude liée au positionnement des joints de contre-pression, sur les ensembles 200 MPa, le laboratoire a réalisé de premières mesures avec une configuration similaire à celle employée dans les blocs de mesure de 50 MPa. D'après les premiers résultats, la section effective à pression nulle n'a pas varié significativement du fait de la modification et les répétabilités sont du même ordre de grandeur, ce qui a permis de valider le nouveau montage pour les ensembles 200 MPa. Deux autres blocs de mesure seront modifiés ; ce qui permettra de vérifier l'hypothèse selon laquelle le défaut de reproductibilité serait du au positionnement des joints de contre-pression.

#### 3.5. Acoustique

Les travaux portant sur d'amélioration des références pour l'étalonnage primaire des microphones en champ libre ont été poursuivis en 2007. L'étude effectuée en 2006 avait permis de réduire considérablement la diaphonie et l'impact du bruit par des choix technologiques appropriés. Ces améliorations ont été complétées de manière logicielle avec notamment la mise au point d'une méthode de filtrage des perturbations acoustiques et électriques liées à cette technique d'étalonnage. Afin de valider ces modifications, le LNE a participé à la comparaison clé CCAUV.A4-K4 (étalonnage primaire des microphones en champ libre) en septembre 2007. Les premiers résultats sont attendus en avril 2008.

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

Les travaux ont porté sur l'extension des possibilités d'étalonnage dynamique vers les hautes pressions (au dessus de 1 MPa). Les procédures d'étalonnage et les calculs d'incertitudes aux hautes pressions ont été définis. Les premières évaluations dans le domaine des basses fréquences (avec le dispositif à ouverture rapide DOR200) et dans le domaine des hautes fréquences (avec le tube à choc TC100) montrent que l'étalonnage dynamique d'un capteur de référence conduit à des incertitudes légèrement supérieures à celles obtenues en basse pression.

## 5. LNE-LADG : débitmétrie gazeuse

Pour prendre en compte les premiers résultats des travaux d'harmonisation PTB-NMi-LNE, et l'ensemble des modifications effectuées sur les installations du LNE-LADG, les calculs d'incertitudes ont été profondément remaniés. Il s'agit d'un travail conséquent qui permet à présent d'avoir une présentation globale et cohérente de

l'ensemble des possibilités offertes par les laboratoires de Poitiers et d'Alfortville et d'avoir une parfaite équivalence des résultats quelque soit la nature du gaz (air ou gaz naturel). Ces résultats sont entièrement validés par toutes les comparaisons menées depuis plus de deux ans et ont fait l'objet de plusieurs communications. Ils ont également été repris dans le cadre de l'accréditation par le Cofrac des deux laboratoires et figurent dans les nouveaux tableaux des possibilités d'étalonnage et d'incertitudes.

## 6. LNE-CETIAT

#### 6.1. Débitmétrie liquide

Le laboratoire a poursuivi l'étude visant à réduire l'erreur due au fonctionnement du partiteur de débit du banc d'étalonnage gravimétrique. Les investigations ont porté sur les limites de fonctionnement du prototype précédemment construit. Un dispositif convergent élaboré a été conçu pour éliminer les phénomènes in-stationnaires survenant au sein du jet d'eau. D'après l'étude réalisée, l'implantation de cet élément en amont du partiteur de débit, associée à l'adaptation de la vitesse de déplacement de l'élément coupant le jet d'eau, permettra de réaliser cette coupure sans éclaboussures sur toute la plage de fonctionnement des lignes de mesure de l'installation d'étalonnage. Le dimensionnement des éléments composant le système convergent a été réalisé et leur construction est en cours.



Fig. 4. – Vue de la tête de mesure de l'anémomètre Doppler et du dispositif à disque tournant ; le cadre en haut à droite représente la tranche du disque visée par la sonde laser.

#### 6.2. Anémométrie

Les mesures de référence de vitesses d'air reposent sur le principe de l'anémométrie Doppler à double faisceau laser. Chacun de ces deux faisceaux est incident sur des particules dont le flux d'air est ensemencé. La vitesse d'air dépend de l'interfrange et de la fréquence Doppler du signal diffusé par les particules présentes dans l'écoulement. Initialement la détermination de l'interfrange nécessitait la mesure de l'angle entre les faisceaux, ce qui était pénalisant dans les calculs d'incertitudes. En 2007, le laboratoire a mis en place un dispositif à disque tournant pour effectuer cette détermination : un disque de diamètre connu est mis en rotation à une vitesse linéaire connue dont on vise la tranche avec la sonde laser (fig. 4). L'interfrange est alors déterminé à partir de la fréquence Doppler, du diamètre du disque et de sa vitesse de rotation. Ce dispositif permettra d'assurer la traçabilité des mesures effectuées avec l'anémomètre Doppler du laboratoire et des utilisateurs industriels disposant de ce type d'instrument de mesure.