

# Masse et grandeurs apparentées

## *Mass and related quantities*

### 1. Introduction

Les activités de métrologie du domaine masse et grandeurs apparentées (MGA) sont effectuées par le Laboratoire commun de métrologie (LCM), institué entre le Laboratoire national de métrologie et d'essais et le Conservatoire national des arts et métiers en 2008. Afin de permettre le raccordement des mesures à des étalons nationaux, l'activité en MGA est également menée par les laboratoires associés suivants :

- le Laboratoire de métrologie dynamique de Arts et Métiers ParisTech pour le domaine de la pression dynamique ;
- le Laboratoire associé de débitmétrie gazeuse (LNE-LADG) pour le débit gaz haute pression ;
- les laboratoires de débitmétrie liquide (eau) et d'anémométrie du Cetiat ;
- le laboratoire de débitmétrie liquide (hydrocarbures) de Trapil.

Les activités recouvrent le maintien à niveau et le développement de références nationales, leur comparaison au niveau international et leur transfert vers les utilisateurs. Dans les lignes qui suivent ne figurent que les faits marquants du domaine MGA.

### 2. Masse et masse volumique

#### 2.1. Mise en œuvre de nouveaux étalons de masse de 1 mg à 10 g

Les travaux pour l'amélioration des étalons de masse entre 1 mg et 10 g ont été poursuivis. Ils ont porté sur la détermination de la masse volumique des étalons, leurs dispositifs de manutention et de stockage, et, sur la dissémination de l'unité de masse en utilisant ces nouveaux étalons.

Compte tenu du faible volume des étalons de 500 mg à 1 mg (étalons sous forme de fils), il n'était pas possible de réaliser une mesure de masse volumique par pesée hydrostatique directe. Afin de rendre possible une telle mesure, un échantillon du fil ayant servi à les réaliser a été prélevé en cours de fabrication des masses. La longueur du fil prélevé a été choisie pour que son volume crée une poussée d'Archimède suffisante pour une détermination de sa masse volumique. Les résultats de mesure montrent que la masse volumique de la matière est significativement modifiée par le processus d'élaboration

de celle-ci, notamment pour les fils de diamètre inférieur à 0,2 mm. D'autre part, les dispositifs de manipulation et de stockage des étalons de masse ont été réalisés (fig. 1).

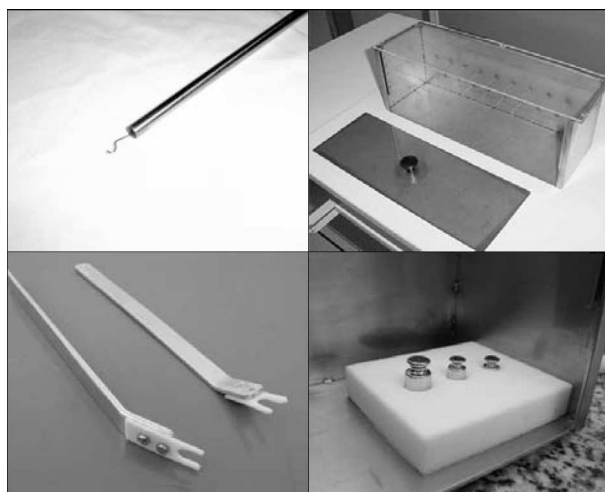


Fig. 1. – Outillages de manipulation et boîtes de stockage des fils étalons (images du haut) et des masses (images du bas).

La dissémination de l'unité de masse a été refaite en partant des étalons de référence de 20 g et en utilisant les nouveaux étalons de 10 g à 1 mg. Cette opération a consisté à étalonner en série fermée vingt-six étalons (deux par valeur nominale).

En conclusion, le laboratoire a mis en œuvre de nouveaux étalons de masse entre 10 g et 1 mg possédant de meilleures caractéristiques métrologiques et surtout une masse volumique mieux déterminée. La conception des étalons de 500 mg à 1 mg sous forme de fils les rend mieux adaptés à l'utilisation de comparateurs automatiques équipés de robots. Leur étalonnage en série fermée de 10 g à 1 mg à partir de deux références de 20 g montre des cohérences entre les comparaisons qui permettent de conclure à l'amélioration sensible des qualités métrologiques des étalons réalisés de cette manière par rapport aux précédents.

#### 2.2. Extension des possibilités du banc de pesée hydrostatique et nouvelle qualification des bains thermostatés

Afin de préparer la comparaison interlaboratoire EURAMET prévue en masse volumique, l'appareillage du banc de pesée hydrostatique a été modifié. De nouveaux

réacteurs, basés sur des précédents qui avaient donné entière satisfaction en terme de stabilité de température dans l'enceinte thermostatée, ont été usinés de façon à recevoir des sphères de diamètre allant jusqu'à 94 mm. De même, de nouvelles suspensions ont été réalisées pour faciliter la manutention des sphères et s'adapter aux différents diamètres (fig. 2).



Fig. 2. – Vue partielle du réacteur avec une sphère positionnée sur la nouvelle suspension.

Pour valider la méthode d'étalonnage, le LCM a étalonné le volume d'une sphère en silicium de 58 mm de diamètre, précédemment étalonnée par un laboratoire national de métrologie (LNM) étranger qui a une traçabilité assurée par des mesures dimensionnelles. Les résultats obtenus au LCM par pesée hydrostatique sur cette sphère dans les nouveaux réacteurs sont en accord avec ceux obtenus par le LNM, avec un écart relatif de  $5 \cdot 10^{-6}$ , non significatif devant les incertitudes de mesure. De plus, lors de cet étalonnage, deux diamètres de fil de nickel ont été utilisés (0,125 mm et 0,2 mm). Il n'y a pas d'écart significatif, par rapport aux incertitudes, entre ces deux mesures. Enfin, la stabilité en température du liquide dans le réacteur durant un étalonnage (environ 1 h) est très bonne avec une variation de l'ordre de 0,01 °C.

Afin d'améliorer les composantes de l'incertitude de mesure liées à la stabilité des bains thermostatés utilisés pour les mesures de volumes, de masses volumiques et de viscosités, une nouvelle procédure de caractérisation des bains a été mise au point. Un gabarit doté de sondes de températures reliées à un multimètre piloté par un ordinateur portable a été développé. Ce dispositif a été utilisé pour mesurer la stabilité et l'homogénéité des bains thermostatés.

### 3. Acoustique

Les microphones étalons de laboratoire sont étalonnés à l'heure actuelle par la méthode de réciprocité, que ce soit pour un usage du microphone en pression ou en champ libre. Cette méthode nécessite l'usage de trois microphones couplés deux à deux par un milieu de couplage (cavité acoustique de forme cylindrique pour l'étalonnage en pression ; milieu infini pour l'étalonnage

en champ libre). Récemment, la méthode d'étalonnage en pression par la méthode de réciprocité a fait l'objet de travaux de modélisation analytique précis de la cavité de couplage. Ces travaux ont permis une amélioration significative de cette technique d'étalonnage conduisant à une incertitude sur les efficacités des microphones de l'ordre de 0,05 dB en module, ce qui en fait la méthode d'étalonnage la plus précise à l'heure actuelle. Néanmoins, dans la majorité des cas, les microphones de travail sont utilisés dans des conditions de champ libre ce qui nécessite une méthode permettant l'étalonnage des microphones étalons dans les mêmes conditions d'environnement. L'étalonnage en champ libre des microphones par la méthode de réciprocité a vocation à répondre à cette exigence. La difficulté rencontrée dans cette méthode d'étalonnage provient du traitement des perturbations à la fois acoustiques et électriques, qui restent importantes en raison des faibles niveaux acoustiques mis en jeu. Le LNE a participé à la comparaison clé CCAUV.A-K4 (étalonnage primaire des microphones en champ libre) en septembre 2007. Dans le cadre de cette comparaison clé, le LNE avait amélioré le dispositif de mesure ainsi que la chaîne de traitement liée à cette technique d'étalonnage en champ libre. La révision du bilan des incertitudes avait montré une nette diminution. Les premiers résultats ont été publiés en septembre 2008. Ces résultats sont en accord avec le nouveau bilan d'incertitudes. Par ailleurs, la révision du bilan des incertitudes a mis en évidence la contribution majoritaire de la position du centre acoustique sur l'incertitude globale et a montré la nécessité de mettre l'accent sur l'étude de ce concept aussi bien sur le plan analytique que sur le plan expérimental.

L'étude sur le concept de centre acoustique des microphones a été poursuivie par le développement d'une nouvelle méthode de mesure de la position du centre acoustique d'un microphone électrostatique. Cette nouvelle méthode a permis une extension des mesures aux basses fréquences (400 Hz – 2 kHz) qui étaient jusqu'alors inaccessibles.

## 4. Débitmétrie

### 4.1. Banc d'étalonnage de tuyères sous pression entre 0,1 m<sup>3</sup>/h et 10 m<sup>3</sup>/h

Le LNE-LADG a travaillé sur le développement d'un banc d'étalonnage de tuyères soniques pour des débits entre 0,1 m<sup>3</sup>/h et 10 m<sup>3</sup>/h. Cette étendue n'est actuellement pas couverte complètement par les références actuelles. D'autre part, l'utilisation de l'air sec comme fluide, au lieu du gaz naturel sur les références actuelles, permettra de s'affranchir de la mesure de la masse volumique, paramètre majeur dans les composantes du calcul des incertitudes. Le banc utilisera une méthode volumétrique, appelée PVTt (Pression, Volume, Température et temps), qui consiste à déterminer le coefficient de décharge  $C_D$  en utilisant une capacité de volume connu (fig. 3) sur laquelle des grandeurs thermodynamiques comme la pression et la température sont mesurées.

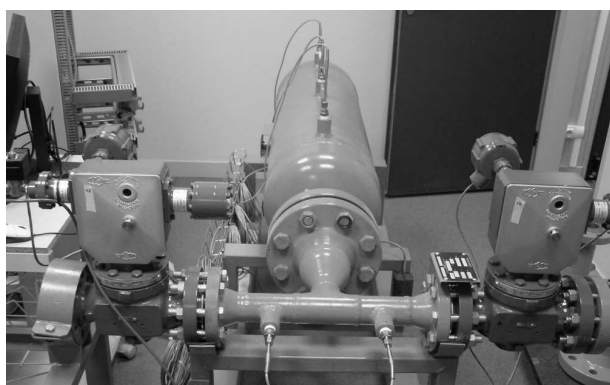


Fig. 3. – Vue partielle du banc d'étalonnage des petites tuyères du LNE-LADG avec, au centre, la capacité de volume connu.

#### 4.2. Développement d'une référence pour les faibles débits de liquide

En 2007, le LNE-Cetiat a initié un projet de développement d'un banc d'étalonnage pour les faibles débits de liquide entre 1 ml/h et 10 l/h. Le principe d'un banc gravimétrique a été retenu avec une incertitude élargie sur le débit de référence de 0,1 %. Le banc sera composé de 4 lignes de mesure. Tous les équipements se situant en amont du débitmètre à étalonner ainsi que l'infrastructure générale ont été dimensionnés et ont été en grande partie installés sur le site du LNE-Cetiat. La conception de la ligne de mesure pour les débits compris entre 10 ml/h et 100 ml/h a été effectuée. Elle sera réalisée en 2009.

### 5. Force

Pour les forces supérieures à 500 kN, la référence nationale est constituée d'un générateur de force hydraulique de 10 MN. La mesure est réalisée au moyen de trois capteurs de force montés en pyramide. Chacun de ces capteurs est étalonné individuellement sur une machine de force à masses suspendues. Dans sa configuration actuelle, il n'est pas possible d'établir des forces par charges décroissantes, ce qui interdit d'évaluer l'hystérésis des capteurs de force (pourtant non négligeable d'après les mesures effectuées jusqu'à 500 kN sur les bancs à masses suspendues, qui permettent d'appliquer des forces par charges décroissantes). Le LCM a donc entrepris, avec l'aide de la société Sogema, une étude pour rendre le banc réversible en générant des forces par charges décroissantes. Cette opération nécessitera de modifier le système hydraulique, les organes de commandes et d'asservissement associés. Après plusieurs campagnes pour tester les asservissements en force, un dispositif utilisant un accumulateur hydraulique a été retenu. La modification du banc sera effectuée en 2009.

## 6. Pression

### 6.1. Nouveau laboratoire de pression

Dans le cadre de la rationalisation des implantations des laboratoires de pression, et notamment de l'amélioration de l'accès aux balances haute pression, les balances de référence ont été implantées dans un nouveau laboratoire dédié aux références nationales (fig. 4). L'ensemble des installations ont été revues afin d'améliorer quelques points : groupes de pompage sur les balances de pression absolue, arrivée des fluides, implantation des systèmes de commandes et de mesure... L'ensemble des installations en pression sont opérationnelles. Les résultats des comparaisons internes montrent que la mise en service des références s'est déroulée de manière satisfaisante.



Fig. 4. – Salle des références nationales de pression du LCM.

### 6.2. Extension vers les basses pressions de l'étendue de mesure des balances de pression de transfert

Du fait de la limitation de l'étendue de mesure des balances de pression en raison de la masse du piston, les raccords de quelques instruments, en particulier les manomètres à quartz, nécessitent l'utilisation du manomètre numérique à piston non rotatif de référence (FPG) en complément des balances. Le domaine concerné est de 2 kPa à 10 kPa en pression absolue. Il a été décidé de simplifier ces raccords en substituant au FPG un manomètre numérique dont la stabilité est maîtrisée à chaque utilisation à l'aide de la balance associée. Le choix s'est porté sur un manomètre capacitif de pression absolue d'étendue 13 kPa en raison de ses bonnes caractéristiques métrologiques en termes de répétabilité et d'hystérésis. Le manomètre a été réceptionné et caractérisé sur toute son étendue à l'aide du FPG. Les résultats ont montré des écarts types expérimentaux inférieurs à  $8 \cdot 10^{-6}$  de l'étendue de mesure et des résidus de modélisation (par un polynôme du quatrième degré) inférieurs à  $1,5 \cdot 10^{-5}$  de son étendue de mesure. Le système mis en place permet maintenant :

- d'étalonner en continu des manomètres numériques sur toute leur gamme ;
- d'améliorer le raccordement automatisé du FPG en multipliant les cycles de mesure.

### **6.3. Chaîne d'étalonnage pour la mesure des débits de fluides frigorigènes**

La réduction des gaz à effet de serre passe par une politique de contrôle de l'étanchéité des équipements contenant des fluides frigorigènes. Ces contrôles sont effectués avec des détecteurs de fuites manuels ou des contrôleurs d'ambiance. Le raccordement de ces appareils aux étalons nationaux nécessite l'utilisation de fuites calibrées de gaz R-134a dont le débit varie de 1 g/an à 50 g/an. Il est donc indispensable de disposer de fuites étalons permettant de vérifier les mesures effectuées. Basée sur ce constat, une référence nationale destinée à définir des débits de fuites de fluides frigorigènes se situant entre 1 g/an et 50 g/an a été conçue, réalisée et qualifiée par le département Pression-Vide du LNE, et le Centre d'Energétique et des Procédés (CEP) de l'Ecole des Mines de Paris, avec le soutien de l'ADEME. La référence est basée sur une méthode de mesure par absorption infrarouge. Elle consiste à mesurer la variation dans le temps de la concentration du gaz émis par une

fuite, le gaz étant accumulé dans un volume fermé – dit volume d'accumulation. Les travaux de qualification de cette référence ont été effectués. Ainsi, pour une température de fuite donnée, le LNE est aujourd'hui capable d'étalonner un débit de fuite frigorigène entre 1 g/an et 50 g/an avec une incertitude élargie de 3 %.

La traçabilité des débits de fuites frigorigènes étant assurée, le raccordement des détecteurs frigorigènes a pu être étudié. Les travaux ont permis d'identifier les paramètres d'influence de la mesure du seuil de sensibilité et de conclure sur les précautions à prendre lors de la qualification des détecteurs de fuites. Un banc de qualification a été conçu et installé au LNE. Face aux résultats obtenus, une étude sur les précautions à prendre lors d'une détection en situation réelle a été effectuée. Les résultats mettent en évidence la difficulté de reproduire les mesures quand elles sont effectuées dans les conditions industrielles. Les résultats obtenus permettent au LNE d'assister techniquement les industriels dans le domaine et dans la précaution d'emploi de leurs outils.