



P. OTAL

# Étalonnage des fuites d'hélium : méthodes de référence et dissémination de $10^{-10} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$ à $10^{-2} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$

## *Helium leak calibration: reference methods and dissemination in the range $10^{-10} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$ to $10^{-2} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$*

Pierre OTAL, Jean-Claude LEGRAS et Frédéric BOINEAU

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

### Résumé

Le LNE a développé ces dernières années plusieurs méthodes pour l'étalonnage des fuites d'hélium de  $10^{-10} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$  à  $10^{-2} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$ . Pour les flux gazeux compris entre  $2\cdot 10^{-7} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$  et  $10^{-2} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$ , une méthode par accroissement de pression dans un volume connu est employée. Pour les flux gazeux inférieurs, les variations de pression ne peuvent plus être mesurées avec une incertitude adaptée. L'extrapolation est alors assurée à l'aide d'une méthode par dilution. Celle-ci consiste à alimenter des fuites capillaires sans réservoir avec des mélanges d'hélium et d'azote pour définir des flux mesurables par la méthode par accroissement de pression. Les différentes combinaisons de pressions d'entrée et de concentrations permettent de définir des flux gazeux jusqu'à  $10^{-10} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$ . La dissémination vers les industriels est ensuite assurée à l'aide d'un spectromètre de masse.

Cet article décrit les différentes méthodes utilisées pour le raccordement des fuites. Les calculs d'incertitude sont présentés ainsi que les résultats d'une comparaison entre le LNE et le NIST.

**MOTS CLÉS :** FUITE DE RÉFÉRENCE, FUITE CALBRÉE, FLUX GAZEUX, FLUXMÈTRE À VOLUME CONSTANT, MÉTHODE DES GAZ TRACÉS, DÉTECTEUR DE FUITE, SPECTROMÈTRE DE MASSE.

### Abstract

*LNE has developed in the last years several methods for the calibration of helium leaks from  $10^{-10} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$  up to  $10^{-2} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$ . Between  $2\cdot 10^{-7} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$  and  $10^{-2} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$ , the method is based on the measurement of the pressure rise due to the flow rate of the leak in a known volume (pressure rise method). For lower flow rates, the pressure variations are not detectable. A tracer gas method is then used which*

*consists first, in calibrating a capillary leak without reservoir with pure nitrogen for various input pressures using the pressure rise method. The leak is then supplied with a calibrated gas mixture of helium in nitrogen. Various pressure inputs and helium concentrations make it possible to define the flow scale down to  $10^{-10} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$ . A method based on a mass spectrometer is then used for disseminating the measurements to industry.*

*This paper describes in detail the developed calibration techniques. The estimated uncertainties are presented as well as the results of a comparison between NIST and LNE.*

**KEY WORDS:** REFERENCE LEAK, LEAK ARTIFACT, GAS FLOW, CONSTANT VOLUME FLOWMETER, TRACER GAS METHOD, LEAK DETECTOR, MASS SPECTROMETER.

### 1. Introduction

Le contrôle d'étanchéité est une discipline qui intervient dans de nombreuses applications industrielles et touche des domaines tels que l'automobile, l'industrie des semi-conducteurs, le bâtiment, l'emballage, l'industrie pharmaceutique, etc. Les méthodes employées diffèrent en fonction de l'application et du type de flux. La technique de contrôle d'étanchéité à l'hélium basée sur l'utilisation d'un détecteur de fuite est l'une des plus utilisées. La qualification de ces détecteurs est effectuée à l'aide de fuites dites « calibrées » dont le flux gazeux est déterminé par étalonnage.

Cet article traite des méthodes développées au LNE pour assurer la traçabilité de ces fuites d'hélium de  $10^{-10} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$  ( $4\cdot 10^{-14} \text{ mol}\cdot\text{s}^{-1}$ ) à  $10^{-2} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$  ( $4\cdot 10^{-6} \text{ mol}\cdot\text{s}^{-1}$ ).

Une description des différents types de fuites d'hélium peut être trouvée dans [1]. Rappelons simplement que suivant la gamme de flux, il existe deux grandes familles de fuites : les fuites à perméation et les fuites à capillaire. Les premières interviennent dans le domaine des flux gazeux compris entre  $10^{-10} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$  et  $10^{-7} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$ . La fuite est généralement constituée d'un réservoir rempli d'hélium sous pression. Le gaz traverse un élément en verre qui est perméable à l'hélium. La figure 1 présente les différents éléments de ce type de fuite.

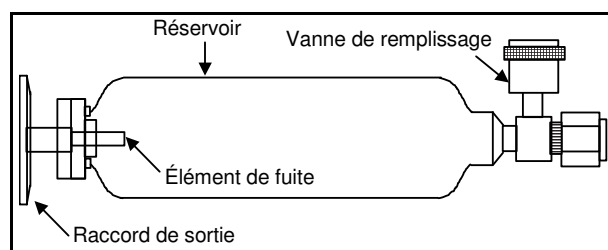


Fig. 1. – Principaux éléments d'une fuite à perméation.

Les fuites à capillaire se rencontrent plutôt dans le domaine des flux gazeux compris entre  $10^{-7} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$  et  $10^{-1} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$ . Elles peuvent se présenter sans réservoir ; dans ce cas, une pression est appliquée en amont de la fuite. La technologie utilisée est un capillaire dans lequel circule le gaz. Le flux gazeux généré dépend de la conductance du capillaire ainsi que de la nature et de la différence de pression de gaz entre l'amont et l'aval de la fuite.

## 2. L'unité de flux gazeux

Le choix de l'unité qui caractérise le flux gazeux d'une fuite est souvent sujet à confusion, en raison de la définition même du mesurande [2]. Aussi est-il nécessaire de spécifier que le mesurande, dont il est question dans cet article, est un flux gazeux défini comme la quantité de gaz en unités de pression et de volume, traversant une section par unité de temps pour une température spécifiée. A partir de cette définition, l'unité associée au flux gazeux est le  $\text{Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$  à la température  $T_0$ . Cette température fait référence à l'unité de flux et ne doit pas être confondue avec le comportement de la fuite en fonction de la température.

Il est également possible d'exprimer le flux d'une fuite en terme de flux molaire à l'aide de l'unité  $\text{mol}\cdot\text{s}^{-1}$ . L'utilisation de cette unité permet de s'affranchir de la confusion engendrée par la température, car celle-ci est incorporée dans l'expression du flux molaire. Toutefois, les applications industrielles utilisatrices des fuites ou des détecteurs de fuite dans la gamme de flux dont il est question dans cet article, travaillent quasi exclusivement avec un flux gazeux exprimé en  $\text{Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$  (ou  $\text{mbar}\cdot\text{l}\cdot\text{s}^{-1}$ ). C'est pourquoi le LNE a décidé de travailler avec ces

unités. Pour des raisons de lisibilité, nous ne spécifierons pas la température, elle sera implicitement considérée comme étant égale à 20 °C. Pour un gaz parfait à la température  $T$  (exprimée en kelvin), la relation qui lie le flux gazeux  $Q_g$ , (exprimé en  $\text{Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$ ) et le flux molaire  $Q_m$  (exprimé en  $\text{mol}\cdot\text{s}^{-1}$ ) est :

$$Q_m = Q_g / (R \times T) ,$$

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

## 3. Coefficient de température des fuites

Le flux gazeux généré par une fuite à perméation varie de manière significative avec la température. Une étude a été menée entre 15 °C et 25 °C afin de déterminer le coefficient de température de notre fuite de référence à perméation identifiée « Fuite A ».

L'expérience consiste à faire circuler dans un tube souple enroulé en serpentin autour de la fuite, de l'eau en provenance d'un cryothermostat. La fuite est ainsi maintenue à la température souhaitée avec une stabilité de l'ordre du centième de kelvin pendant plusieurs heures. Le flux gazeux généré par la fuite est déterminé pour différentes températures à l'aide de méthodes détaillées par la suite.

Un coefficient de température de 4,0 % par kelvin en valeur relative a été déterminé pour la fuite étalon A. L'écart type sur ce coefficient a été estimé à 0,06 % par kelvin.

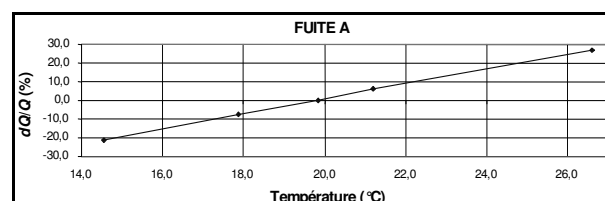


Fig. 2. – Variation relative du flux gazeux en fonction de la température, pour la fuite A.

Cette même méthode a été employée pour déterminer le coefficient de température de notre fuite de référence à capillaire identifiée « Fuite H ». Ce coefficient est bien plus faible. Il est de l'ordre de -0,2 % par kelvin en valeur relative pour l'hélium et +0,5 % par kelvin en valeur relative pour l'azote.

## 4. Les étalons de fuite du LNE de $2\cdot 10^{-7} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$ à $10^{-1} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$

De  $2\cdot 10^{-7}$  à  $10^{-1} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$ , le flux gazeux est défini de manière fondamentale à partir d'une méthode par variation de pression à volume constant. La méthode est décrite dans [3]. Elle consiste à mesurer une remontée de pression notée  $\Delta P$  pendant un intervalle de temps donné  $\Delta t$  dans un volume connu  $V$  préalablement vidé. Le flux de la fuite  $Q$ , est déduit de la relation suivante :

$$Q = \frac{\Delta P}{\Delta t} \times V .$$

La variation de pression est mesurée à l'aide d'un manomètre à membrane à détection capacitive, ce qui permet de mesurer indifféremment des flux gazeux pour de l'hélium, de l'azote, de l'air ou de l'argon. Les températures respectives de la fuite et du volume étalon sont mesurées à l'aide de thermomètres à résistance de platine. Le système est placé dans un caisson d'isolation thermique dans lequel la stabilité en température est de 0,05 °C pendant plusieurs heures. Le schéma de principe est présenté en figure 3.

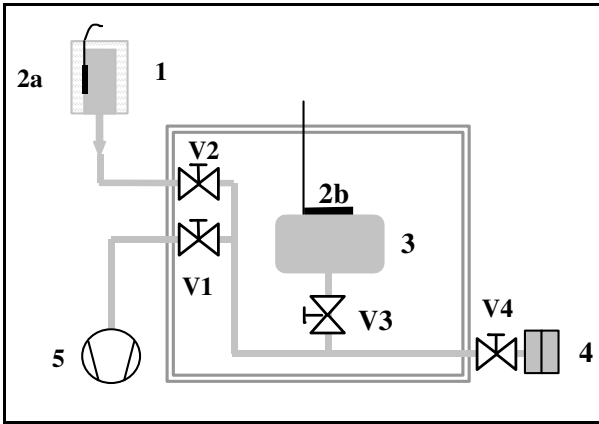


Fig. 3. – Schéma de principe de la méthode par variation de pression à volume constant : (1) fuite sous test ; (2a et 2b) thermomètres à résistance de platine ; (3) volume étalon 300 cm<sup>3</sup> ; (4) manomètre capacitif de pression absolue, suivant le flux à mesurer l'étendue de mesure est 0,1 Pa à 100 Pa ou 1 kPa à 10 kPa ; (5) pompe à palettes ; (V1 à V4) vannes à soufflet.

La détermination du flux gazeux de la fuite s'effectue en trois étapes afin de déterminer le volume mort du système et de tenir compte du dégazage ou d'une éventuelle fuite résiduelle.

Considérons le volume total noté  $V_t$ , le volume mort des tubes de liaison noté  $V_m$  et le volume étalon noté  $V_e$ . Entre ces volumes, nous avons la relation suivante :

$$V_t = V_e + V_m .$$

La première étape consiste à mesurer  $\Delta P_1/\Delta t_1$ , remontée en pression due à la fuite dans le volume  $V_t$  afin de déterminer le flux  $Q_1$  de la fuite dans le volume total  $V_t$ .

Dans un deuxième temps, le rapport  $\Delta P_2/\Delta t_2$ , remontée en pression due à la fuite dans le volume mort, est mesuré, afin de déterminer le flux  $Q_2$  de la fuite dans le volume mort  $V_m$  du montage.

La dernière étape consiste à déterminer  $\Delta P_3/\Delta t_3$ , remontée en pression résiduelle en l'absence de fuite afin de déterminer le flux résiduel  $Q_3$  du montage.

Le volume mort  $V_m$  et le flux résiduel  $Q_3$  sont alors calculés à partir des expressions suivantes :

$$V_m = \frac{\frac{\Delta P_1}{\Delta t_1}}{\frac{\Delta P_2}{\Delta t_2} - \frac{\Delta P_1}{\Delta t_1}} \times V_e$$

et

$$Q_3 = \frac{\Delta P_3}{\Delta t_3} \times V_m$$

$$= \frac{\Delta P_3}{\Delta t_3} \times \frac{\frac{\Delta P_1}{\Delta t_1}}{\frac{\Delta P_2}{\Delta t_2} - \frac{\Delta P_1}{\Delta t_1}} \times V_e .$$

Le flux de la fuite dans le volume est ensuite déterminé en ôtant le flux résiduel du flux mesuré :

$$Q_{vol} = V_e \times \frac{\Delta P_1}{\Delta t_1} \times \left( 1 + \frac{\frac{\Delta P_1}{\Delta t_1} - \frac{\Delta P_3}{\Delta t_3}}{\frac{\Delta P_2}{\Delta t_2} - \frac{\Delta P_1}{\Delta t_1}} \right) .$$

La figure 4 représente les accroissements de pression pour une fuite dont le flux est de l'ordre de  $1 \cdot 10^{-5} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ .

Si on note  $T_{vol}$  et  $T_{fuite}$  les températures respectives du volume étalon et de la fuite à étalonner, on peut déduire le flux gazeux au niveau de la fuite à partir du flux gazeux au niveau du volume, à l'aide de la relation :

$$Q_{fuite} = Q_{vol} \times \frac{T_{fuite}}{T_{vol}} .$$

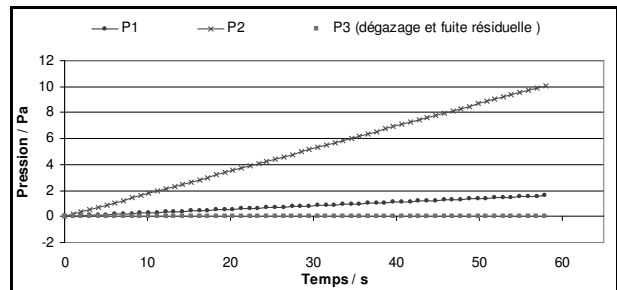


Fig. 4. – Accroissements de pression pour une fuite dont le flux est de l'ordre de  $1 \cdot 10^{-5} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ .

Cette méthode fondamentale permet de définir l'échelle des fuites étalons du LNE de  $2 \cdot 10^{-7} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$  à  $1 \cdot 10^{-2} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$  avec une incertitude inférieure à 2 % (tableau 1).

Le banc de mesure développé au LNE rend la méthode particulièrement adaptée aux étalonnages courants. Cette méthode est de ce fait utilisée pour assurer la dissémination quotidienne des flux de  $2 \cdot 10^{-7} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$  à  $1 \cdot 10^{-2} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$  avec une incertitude relative de l'ordre de 6 %.

Tableau 1  
Évaluation de l'incertitude d'étalonnage de la fuite de référence  $H$  à capillaire, alimentée en azote, par la méthode de variation de pression à volume constant.

Paramètres	Incertitude type sur le paramètre	Distribution	Coefficient de sensibilité	Incertitude type
<b>Répétabilité</b>	$2,5 \cdot 10^{-4} \times Q$	Normale	1	$2,5 \cdot 10^{-4} \times Q$
<b>Volume</b>				
Détermination du volume	$5,0 \cdot 10^{-3} \times V$	Normale	$Q / V$	$5,0 \cdot 10^{-3} \times Q$
Accroissement de pression	$2,5 \cdot 10^{-3} \times P$	Normale	$Q / P$	$2,5 \cdot 10^{-3} \times Q$
Influence de la température du volume sur l'unité de flux	0,1 °C	Rectangulaire	$1 / T$	$2,0 \cdot 10^{-4} \times Q$
Flux résiduel	Négligeable			
<b>Fuite</b>				
Influence de la température de la fuite sur le flux (coefficient de température de la fuite)	0,3 °C	Rectangulaire	$0,5 \cdot 10^{-2} \times Q$	$8,7 \cdot 10^{-4} \times Q$
Influence de la température sur l'unité de flux	0,3 °C	Rectangulaire	$1 / T$	$5,9 \cdot 10^{-4} \times Q$
<b>Incertitude élargie</b>				<b><math>1,1 \cdot 10^{-2} \times Q</math></b>

### 5. Les étalons de fuite du LNE de $10^{-10} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ à $10^{-7} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$

La méthode fondamentale par variation de pression à volume constant n'est plus applicable pour les flux d'hélium inférieurs à  $2 \cdot 10^{-7} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ . C'est pourquoi le LNE a mis en œuvre une méthode par dilution.

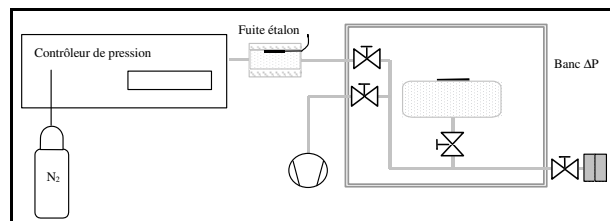


Fig. 5. – Étalonnage d'une fuite à capillaire sans réservoir. La fuite est alimentée en pression *via* un contrôleur et étalonnée à l'aide de la méthode de variation de pression à volume constant.

Pour définir cette gamme de flux, le LNE possède deux fuites étalons à capillaire sans réservoir, identifiées  $H$  et  $F$ . La fuite  $F$  est un étalon témoin utilisé pour contrôler la cohérence des étalonnages. Le flux gazeux généré par ce type de fuite est fonction de la pression du gaz en amont. La première étape consiste à modéliser le flux des fuites étalons alimentées en azote en fonction de la pression amont à l'aide de la méthode par variation de pression à volume constant. La pression amont  $P$  est générée par un contrôleur automatique de pression entre 150 kPa et 700 kPa avec une incertitude de  $5 \cdot 10^{-4} \times P$  (fig. 5). La gamme de flux ainsi définie est comprise entre  $4,7 \cdot 10^{-7} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$  et  $1,2 \cdot 10^{-5} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$  pour la fuite  $H$  et entre  $6,1 \cdot 10^{-5} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$  et  $1,2 \cdot 10^{-3} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$  pour la fuite  $F$ .

Dans un premier temps, le flux gazeux d'azote  $Q$  de la fuite étalon est modélisé en fonction de la pression amont par un polynôme de degré 2. Les résidus engendrés par la modélisation sont inférieurs à  $0,6 \cdot 10^{-3} \times Q$  (fig. 6). L'incertitude relative sur le flux gazeux défini par cette méthode est comprise entre 2 % et 5 %.

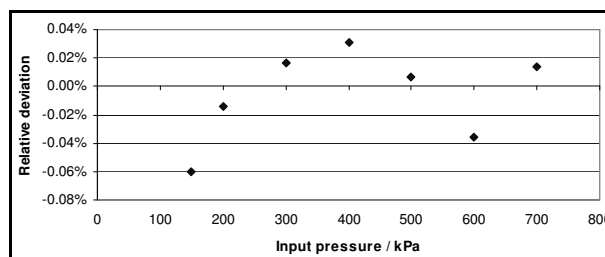


Fig. 6. – Résidus de modélisation du flux d'azote d'une fuite étalon sans réservoir en fonction de la pression d'alimentation.

Dans un second temps, la fuite est alimentée par un mélange gazeux d'hélium en faible concentration  $c$  dans une matrice d'azote. Pour une pression d'alimentation donnée, le flux gazeux en hélium est ainsi proportionnel d'un facteur  $c$  au flux gazeux obtenu avec de l'azote pur. Suivant les valeurs de la concentration d'hélium et de la pression d'alimentation, cette méthode permet de définir des flux gazeux en hélium compris entre  $1 \cdot 10^{-10} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$  et  $1 \cdot 10^{-7} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$  avec une incertitude comprise entre 2,5 % et 5,5 %.

Cette méthode est utilisée exclusivement pour le raccordement annuel des fuites de transfert du LNE. Elle est difficilement applicable à l'étalonnage quotidien des fuites dans cette gamme de flux car elle demande une mise en œuvre longue et délicate. Le LNE a donc développé une méthode plus facile à mettre en œuvre, basée sur l'utilisation de six fuites de transfert et d'un spectromètre de masse.

## 6. La dissémination des étalons de fuite de $10^{-10} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$ à $10^{-7} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$

### 6.1. Raccordement des fuites de transfert

La dissémination des étalons de fuite de  $10^{-10} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$  à  $1\cdot 10^{-7} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$  est assurée à l'aide de quatre fuites de transfert avec réservoir identifiées (J, A, D, G). Celles-ci sont raccordées par comparaison à la fuite étalon H à l'aide d'un détecteur de fuite à spectromètre de masse dont le signal de sortie est fonction du flux gazeux de la fuite hélium connectée à son entrée. La méthode consiste tout d'abord à effectuer une acquisition sur la sortie analogique du détecteur lorsque la fuite de transfert y est directement connectée. La fuite étalon H est ensuite substituée à la fuite de transfert et alimentée avec un mélange gazeux azote/hélium. La pression amont de la fuite étalon est alors réglée de façon à reproduire un signal identique à celui délivré par la fuite de transfert.

La figure 7 présente le schéma de raccordement des fuites étalons J, A, D, G à la fuite H en fonction de la concentration d'hélium.

Le tableau 2 présente la contribution des différentes composantes sur l'incertitude d'étalonnage de la fuite J.

Les incertitudes sur les flux délivrés par les quatre fuites de transfert sont données dans le tableau 3.

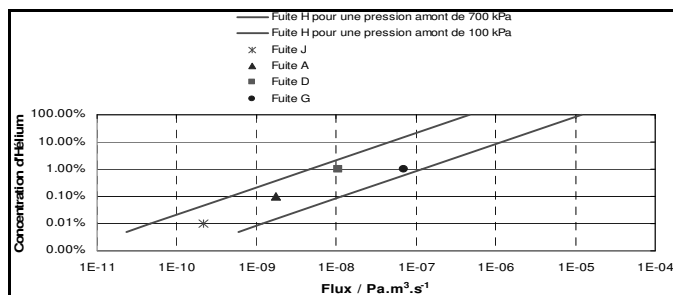


Fig. 7. – Schéma de raccordement des fuites de transfert (J, A, D, G) par comparaison à la fuite étalon H.

Tableau 3  
Incertitudes d'utilisation sur les flux gazeux délivrés par les quatre fuites de transfert.

Étalon	Flux ( $\text{Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$ )	Incertitude élargie ( $\times Q$ )
Fuite J	$2,09\cdot 10^{-10}$	7,6 %
Fuite A	$1,70\cdot 10^{-9}$	5,8 %
Fuite D	$1,05\cdot 10^{-8}$	6,1 %
Fuite G	$7,01\cdot 10^{-8}$	4,3 %

Tableau 2  
Contribution des différentes composantes sur l'incertitude d'étalonnage du flux généré par la fuite J.

Paramètres	Incertitude type sur le paramètre	Distribution	Coefficient de sensibilité	Incertitude type
<b>Répétabilité</b>	$3,0\cdot 10^{-3} \times Q$	Normale	1	$3,0\cdot 10^{-3} \times Q$
<b>Fuite H</b>				
Étalonnage de la fuite étalon H par la méthode de variation de pression à volume constant	$5,7\cdot 10^{-3} \times Q$	Normale	1	$5,7\cdot 10^{-3} \times Q$
Stabilité de la fuite H	$2,3\cdot 10^{-3} \times P$	Normale	1	$2,3\cdot 10^{-3} \times P$
Pression appliquée en amont de la fuite étalon H	$6,0\cdot 10^{-4} \times Q$	Normale	1	$6,0\cdot 10^{-4} \times P$
<b>Mélange gazeux</b>				
Concentration du mélange gazeux	$5,0\cdot 10^{-3} \times Q$	Normale	1	$5,0\cdot 10^{-3} \times Q$
<b>Fuite J</b>				
Influence de la température de la fuite J sur le flux (coefficient de température de la fuite)	0,3 °C	Rectangulaire	$3,4\cdot 10^{-2} \times Q$	$5,9\cdot 10^{-3} \times Q$
Influence de la température sur l'unité de flux	0,3 °C	Rectangulaire	1/T	$5,9\cdot 10^{-4} \times Q$
<b>Spectromètre de masse</b>				
Reproductibilité du spectromètre de masse	$4,0\cdot 10^{-3} \times Q$	Normale	1	$4,0\cdot 10^{-3} \times Q$
Sensibilité locale du spectromètre de masse	$5,0\cdot 10^{-4} \times Q$	Normale	1	$5,0\cdot 10^{-4} \times Q$
Résolution du spectromètre de masse	$2,4\cdot 10^{-3} \times Q$	Normale	1	$2,4\cdot 10^{-3} \times Q$
<b>Incertitude élargie</b>				<b><math>2,3\cdot 10^{-2} \times Q</math></b>

## 6.2. Dissémination vers l'industrie

La dissémination des étalons de fuite de  $10^{-10} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$  à  $10^{-7} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$  vers les utilisateurs est également basée sur l'utilisation du détecteur de fuite à spectromètre de masse. La méthode utilisée est cette fois directe et demande par conséquent d'étalonner le détecteur à l'aide des quatre fuites de transfert et de la fuite étalon H étalonnée en hélium pur pour des pressions amonts de 100 kPa et 150 kPa (identifiée FUI H100 et FUI H150). L'étalonnage consiste à modéliser, par un polynôme de degré deux, la tension de sortie analogique  $U$  du détecteur en fonction du logarithme des flux gazeux d'hélium  $Q$  générés par les six fuites :

$$Q = 10^{(m_0 + m_1 \cdot U + m_2 \cdot U^2)}$$

Les résidus observés sont inférieurs à  $\pm 2 \%$  et l'incertitude sur le signal de sortie du détecteur est estimée en déterminant par simulation l'amplitude des variations du flux due aux incertitudes sur chacune des fuites.

Les prestations d'étalonnage des fuites se déroulent sous forme de campagnes, sur deux semaines. Une étude a été menée afin d'observer la dérive quotidienne du détecteur et de définir la procédure la mieux adaptée. Nous avons déterminé d'une part que la reproductibilité de la méthode sur quelques jours est de l'ordre de 2 % et d'autre part, qu'il existe une dérive du détecteur plus significative pour les flux supérieurs à  $7 \cdot 10^{-8} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$ .

Il a donc été décidé d'étalonner quotidiennement le détecteur pour les flux gazeux supérieurs à  $7 \cdot 10^{-8} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$ . Pour les flux inférieurs, l'étalonnage est effectué lorsqu'une dérive supérieure à 1,5 % est détectée lors du passage quotidien d'une fuite de contrôle.

L'incertitude sur la détermination du flux gazeux d'une fuite définie à l'aide de cette méthode est de l'ordre de 10 %.

Un diagramme des différentes méthodes actuellement utilisées pour le raccordement des fuites est présenté en figure 8.

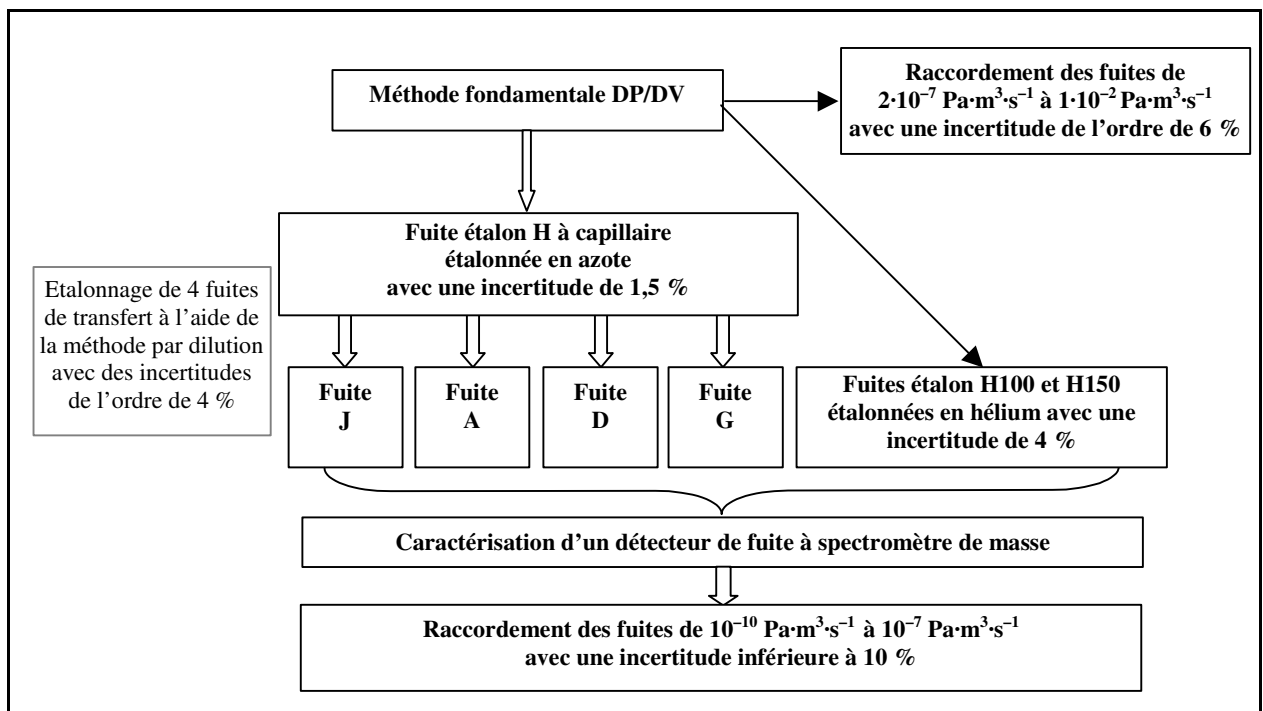


Fig. 8. – Diagramme des différentes méthodes utilisées au LNE pour le raccordement des fuites.

## 7. Comparaison avec le NIST

Une comparaison bilatérale entre le NIST (*National Institute of Standards and Technology* – Etats-Unis d'Amérique) et le LNE a été réalisée en 2006/2007. Les étalons de transfert étaient deux fuites à perméation du LNE, identifiées FUI B et FUI C, de flux nominaux respectifs  $1,6 \cdot 10^{-9} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$  et  $2,2 \cdot 10^{-9} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$ . Ces fuites de transfert ont été étalonnées au NIST par comparaison à un fluxmètre à pression constante et à volume variable associé à un diviseur de flux ([4,5]) avec une incertitude sur la détermination du flux de 1,5 % pour

FUI B et 1,3 % pour FUI C. Le LNE a, pour sa part, utilisé la méthode employée pour le raccordement des quatre fuites de transfert décrite au § 6.1.

Le tableau 4 et la figure 9 présentent les résultats obtenus par les deux laboratoires lors de cette comparaison. Les deux fuites ont été étalonnées au LNE avant et après l'étalonnage au NIST. La différence des résultats montre l'absence d'erreur systématique et des écarts inférieurs à 2,5 %. L'écart moyen entre les étalons des deux laboratoires est de +1,1 % pour la fuite FUI B et -2,2 % pour la fuite FUI C avec une incertitude relative d'environ 5 %.

Tableau 4  
Résultats de la comparaison entre le NIST et le LNE  
réalisée en 2006/2007.

Identification de la fuite	Mesures du LNE $\text{Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$	Mesures du NIST $\text{Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$	Différence relative NIST-LNE %	Incertitude relative sur la différence % ( $k = 2$ )	Erreur normalisée
FUI B, initial	$1,599\cdot 10^{-9}$	$1,636\cdot 10^{-9}$	+ 2,3	5,8	0,40
FUI B, final	$1,639\cdot 10^{-9}$		- 0,2	4,7	- 0,04
FUI C, initial	$2,240 \times 10^{-9}$	$2,187\cdot 10^{-9}$	- 2,4	5,3	- 0,45
FUI C, final	$2,231\cdot 10^{-9}$		- 2,0	4,0	- 0,50

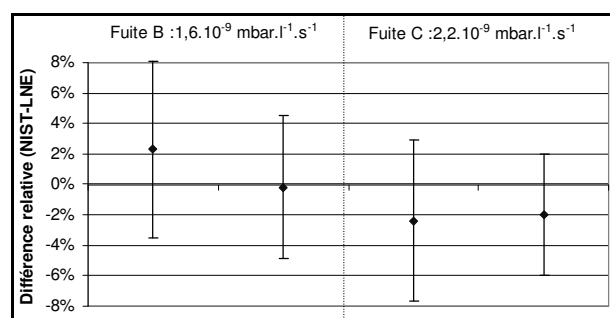


Fig. 9. – Différences relatives entre le NIST et le LNE (avant et après les mesures au NIST) dans la détermination des flux gazeux de deux fuites de transfert. Les barres représentent l'incertitude combinée sur l'écart entre les deux laboratoires.

## 8. Conclusion

Afin de définir une échelle de flux gazeux en hélium compris entre  $10^{-10} \text{Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$  ( $4\cdot 10^{-14} \text{mol}\cdot\text{s}^{-1}$ ) et  $10^{-2} \text{Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$  ( $4\cdot 10^{-6} \text{mol}\cdot\text{s}^{-1}$ ), le LNE a développé des méthodes par variation de pression à volume constant et par dilution, avec des incertitudes comprises entre 5,5 % et 2 %.

Les résultats de la comparaison entre le LNE et le NIST montrent l'équivalence des méthodes et des moyens d'étalonnage des deux laboratoires. Les écarts entre les

deux laboratoires dans la détermination de flux gazeux d'environ  $2\cdot 10^{-9} \text{Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$  sont inférieurs à 2 %.

Le LNE a par ailleurs participé en 2007 à une comparaison clé CIPM référencée CCM.P-K12. Les résultats de cette comparaison devraient être publiés en 2009 dans base de données (KCDB) du BIPM.

Afin d'assurer la dissémination des étalons de fuites vers l'industrie, le LNE a développé une méthode basée sur la caractérisation d'un détecteur de fuite à spectromètre de masse avec une incertitude de l'ordre de 10 %.

Ces travaux ont montré la capacité du LNE à assurer la traçabilité du raccordement des fuites d'hélium vers un nombre important de laboratoires de métrologie et d'industriels. Ces derniers sont toutefois demandeurs d'incertitudes inférieures à 5 %. C'est pourquoi, le LNE développe actuellement un fluxmètre à pression constante et à volume variable.

## Références

- [1] EHRLICH C.D. et BASFORD J.A., "Recommended practices for the calibration and use of leaks", *Journal of Vacuum Science & Technology A*, **10**, 1, 1992, 1-17.
- [2] EHRLICH C.D., "A note on flow rate and leak rate units", *Journal of Vacuum Science & Technology A*, **4**, 5, 1986, 2384-2385.
- [3] LEGRAS J.-C. et LE GUINIO J., « L'étalonnage des fuites de référence au BNM/LNE », Actes des conférences du 7<sup>e</sup> Congrès international de métrologie, 1995, 18-23.
- [4] McCULLOH K.E., TILFORD C.R., EHRLICH C.D. et LONG F.G., "Low-range flowmeters for use with vacuum and leak standards", *Journal of Vacuum Science & Technology A*, **5**, 3, 1987, 376-381.
- [5] EHRLICH C.D. et TISON S.A., "NIST Measurement Services: NIST Leak Calibration Service", *NIST Special Publication*, **250-38**, janvier 1992, 89 p.

Article reçu le 14 mars 2008 ; version révisée reçue le 17 décembre 2008.