



HAL
open science

Mise en œuvre de l'expansion continue pour le raccordement en basses pressions absolues du μPa au mPa

Julien Guillou

► **To cite this version:**

Julien Guillou. Mise en œuvre de l'expansion continue pour le raccordement en basses pressions absolues du μPa au mPa. Autre. 2013. dumas-01255112

HAL Id: dumas-01255112

<https://dumas.ccsd.cnrs.fr/dumas-01255112>

Submitted on 13 Jan 2016

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

CONSERVATOIRE NATIONAL DES ARTS ET MÉTIERS
Paris

MÉMOIRE

présenté en vue d'obtenir

le **DIPLÔME D'INGÉNIEUR**

SPÉCIALITÉ : MESURE-ANALYSE

OPTION : INSTRUMENTATION QUALITÉ

par

Julien GUILLOU

**MISE EN ŒUVRE DE L'EXPANSION CONTINUE POUR LE
RACCORDEMENT EN BASSES PRESSIONS ABSOLUES DU
 μPa AU mPa**

Soutenu le 12 avril 2013 à 14 h.

JURY

PRÉSIDENT

M. JUNCAR Patrick

Professeur des Universités, CNAM

MEMBRES

Mme RAZET Annick

Professeur des Universités, CNAM

M. BOINEAU Frédéric

Ingénieur, LNE

M. OTAL Pierre

Ingénieur, LNE

M. PLIMMER Mark

Maître de conférences, CNAM

"Ces mesures sont à la mesure de leur démesure"

Résumé

Pour améliorer les incertitudes de mesures des pressions absolues comprises entre 1,0 μPa et 1,0 mPa , le Laboratoire Commun de Métrologie (LCM) souhaite mettre en œuvre la méthode primaire dite de l'expansion continue. Au préalable, le fluxmètre gazeux à pression constante nécessaire à cette mise en œuvre a été conçu en 2010. L'enceinte d'étalonnage est équipée d'une conductance variable. La pression de référence générée en aval de la conductance est déduite de la mesure du flux gazeux injecté et de la pression en amont de la conductance ainsi que de la détermination de la valeur de celle-ci et du rapport de pressions établis. Dans ce *mémoire*, l'optimisation de la conductance est étudiée puis un bilan d'incertitudes détaillé sur la pression de référence générée avec la méthode de l'expansion continue est proposé à partir de la caractérisation métrologique de ses différentes composantes. L'étalonnage d'un manomètre à ionisation de type cathode chaude permet la comparaison de la méthode d'expansion continue avec celle utilisée jusqu'à présent, basée sur des étalons secondaires.

Mots clés

Fluxmètre gazeux, Expansion continue, Métrologie, Conductance variable, Ultra-
vide, Technique du rapport de pression, Manomètre à vide, Vide.

Abstract

To improve uncertainty of absolute pressure measurements between 1,0 μPa and 1,0 mPa, the Joint Laboratory for Metrology (Laboratoire Commun de Métrologie or LCM) wishes to implement the primary method known as continuous expansion. To begin with, the constant pressure gas flowmeter required for this implementation was designed in 2010. The calibration chamber is equipped with an adjustable conductance. The reference pressure generated downstream the conductance is deduced from the measurement of the injected gas flow and the pressure upstream from the conductance together with the value of the conductance determined previously and the pressure ratio. In this *dissertation*, the optimization of the adjustable conductance is studied and a detailed assessment of uncertainty of the reference pressure generated with the continuous expansion method is carried out based on the metrological characterization of its various components. Calibration of a hot cathode ionization gauge allows comparison of the continuous expansion method with that used so far based on secondary standards.

Keywords

Gas flowmeter, Continuous expansion, Metrology, Adjustable conductance, High-vacuum, Pressure ratio technique, Vacuum gauge, Vacuum.

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier Pierre Otal, responsable du département Masse et grandeurs dérivées du LCM, pour la confiance témoignée à mon égard dès mon arrivée au sein de son équipe et pour sa proposition de réaliser cette étude me permettant de finaliser ma formation d'ingénieur CNAM. Je remercie également Jean-Marc Moschetta, responsable du pôle mécanique pour ces conseils et le temps supplémentaire qu'ils m'ont accordé, tous les deux, à la finalisation du projet.

Une attention particulière pour remercier Frederic Boineau, chef de ce projet et concepteur du fluxmètre gazeux à pression constante, qui a permis la réalisation de cette étude. Sa disponibilité, sa patience, ses connaissances et ses conseils sur la mesure de flux gazeux et sur les techniques du vide m'ont été d'une inestimable utilité.

J'adresse ma reconnaissance à tous les membres du jury en particulier à Patrick Juncar qui après m'avoir énormément appris en tant que professeur me fait l'honneur d'être le président de ce jury et à Mark Plimmer, mon tuteur, pour sa grande disponibilité, son écoute, ses conseils, et la rapidité de ses réponses. Je remercie également tous les enseignants du CNAM avec lesquels ce fut un plaisir d'approfondir mes connaissances.

Ce mémoire a été retardé par la panne d'un élément du fluxmètre gazeux à pression constante. Je remercie donc Kamel Dougdag de la Direction des ressources techniques et informatiques du LNE et Richard Dondos du département Masse et grandeurs associées qui ont été disponibles rapidement pour la réparation et l'étalonnage des éléments endommagés.

REMERCIEMENTS

Je suis également reconnaissant envers Djilali Bentouati, collègue de travail et ami, avec qui nous avons partagé ces années d'étude au CNAM et qui fut une de mes rencontres humaines les plus enrichissantes.

Je remercie Sébastien Huret et Marc Lefebvre avec lesquels l'organisation et la planification des activités vides et pressions furent parfaitement agencées. Un sincère remerciement à tous les collègues du laboratoire que je côtoie tous les jours depuis cinq ans. Leur soutien, leur enthousiasme, leur disponibilité et leur aide n'ont fait que renforcer la sympathie que j'ai envers eux.

Merci au couple Rosine et Paul Bénichou professeurs de mathématiques à l'ENCPB lors de mon BTS qui m'ont aidé dans la résolution d'un problème.

Un Grand Merci à tous mes amis qui m'ont permis d'avoir de bons moments de détente : car après l'effort, le réconfort.

Enfin je n'oublie ni ma grand-mère ni ma mère qui ont toujours été disponibles pour me soutenir dans la réalisation de ce projet.

Liste des abréviations

- *CNAM* : Conservatoire National des Arts et Métiers
- *LCM* : Laboratoire Commun de Métrologie
- *FPG* : Forced balanced Piston Gauge (Manomètre à piston non rotatif)
- *EURAMET* : European Association of National Metrology Institutes
- *CNTP* : Conditions Normales de Température et de Pression
- *CDG* : Capacitance Diaphragm Gauge (Manomètre à membrane capacitive)
- *HCG* : Hot Cathode Gauge (Manomètre à cathode chaude)
- *SRG* : Spinning Rotor Gauge (Manomètre à bille tournante)
- *AFNOR* : Association Française de Normalisation
- *GUM* : Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure
- *BIPM* : Bureau International des Poids et Mesures
- *CMC* : Calibration and Measurement Capabilities – Meilleures incertitudes d'étalonnage réalisables, reconnues internationalement
- *CIPM – MRA* : Comité international des poids et mesures - Mutual Recognition Arrangement
- *CCM.P – K3* : Consultative Committee for Mass and Related Quantities - Comité consultatif Masse et grandeurs apparentées - Comparaison P-K3
- *KRISS* : Korea Research Institute of Standards and Science
- *NIST* : National Institute of Standards and Technology
- *NPL* : National Physical Laboratory of United Kingdom
- *NPL – I* : National Physical Laboratory of India
- *PTB* : Physikalisch Technische Bundesanstalt, le Laboratoire Fédéral de métrologie allemand
- *SI* : Système international d'unités

Table des matières

| | |
|--|-----------|
| Liste des abréviations | 8 |
| Introduction | 17 |
| 1 Définitions | 20 |
| 1.1 Caractéristiques du vide et du régime d'écoulement | 20 |
| 1.2 Flux et débit gazeux | 22 |
| 1.2.1 Le flux gazeux molaire Q_m | 22 |
| 1.2.2 Le flux gazeux à pression-volume unitaire Q | 23 |
| 1.2.3 Correspondance entre Q et Q_m | 23 |
| 1.2.4 Différentes expressions du flux gazeux | 25 |
| 1.3 Pompage et conductance | 26 |
| 1.3.1 La notion de pompage | 26 |
| 1.3.2 La notion de conductance | 27 |
| 1.4 Un équilibre de pressions dynamiques | 32 |
| 2 Le raccordement des basses pressions absolues au LCM | 35 |
| 2.1 Les pressions absolues de 0,5 Pa à 15 kPa | 37 |
| 2.2 Les pressions absolues de 0,1 Pa à 100 Pa | 37 |
| 2.3 Les pressions absolues entre 100 μ Pa et 1 Pa | 37 |
| 2.4 Les pressions absolues entre 1 μ Pa et 1 mPa | 38 |

| | | |
|----------|---|-----------|
| 3 | Méthodes primaires pour la mesure du vide | 41 |
| 3.1 | L'expansion statique | 41 |
| 3.2 | L'expansion continue | 43 |
| 3.3 | Technique du rapport de pressions | 44 |
| 3.4 | Méthodes et capacités de laboratoires nationaux | 46 |
| 3.5 | L'expansion continue au LCM | 47 |
| 3.5.1 | L'étude préalable | 48 |
| 3.5.2 | L'étude actuelle | 50 |
| 4 | L'enceinte d'étalonnage XHV-RIBER | 53 |
| 4.1 | Description générale | 53 |
| 4.2 | La vanne de "conductance variable" | 56 |
| 4.3 | Le système de pompage | 58 |
| 5 | Le fluxmètre gazeux à pression constante | 60 |
| 5.1 | Génération de flux gazeux (I) | 62 |
| 5.2 | Mesure de la pression p_0 et p_R (II) | 64 |
| 5.3 | Pilotage et mesure de la variation du volume de mesure (III) | 64 |
| 5.4 | Génération de pression (IV) | 67 |
| 6 | Mesures de pression par la méthode de l'expansion continue | 69 |
| 6.1 | Conditions expérimentales dans le cadre de l'expansion continue | 69 |
| 6.1.1 | Introduction du gaz | 70 |
| 6.1.2 | Enceinte de mesure | 70 |
| 6.1.3 | Conductance et vitesse de pompage | 70 |
| 6.1.4 | Rapport de pressions | 73 |
| 6.2 | Mesures expérimentales | 73 |

TABLE DES MATIÈRES

| | | |
|----------|---|------------|
| 6.2.1 | Calculs préliminaires | 74 |
| 6.2.2 | Optimisation des paramètres de mesure et synchronisation des moyens | 74 |
| 6.2.3 | Déroulement d'un étalonnage par expansion continue. | 77 |
| 6.2.4 | Acquisitions et traitements des résultats | 82 |
| 6.3 | Mesures du flux Q_C au niveau de la conductance | 83 |
| 6.3.1 | Éléments métrologiques et paramètres d'influence | 84 |
| 6.3.2 | Budget d'incertitude et gamme du flux | 89 |
| 6.4 | Mesure de la conductance C_v | 90 |
| 6.4.1 | Calcul de la conductance | 90 |
| 6.4.2 | Répétabilité | 91 |
| 6.4.3 | Reproductibilité à long terme | 92 |
| 6.4.4 | Budget d'incertitudes | 93 |
| 6.5 | Détermination du rapport de pressions $R_p = p_1/p_2$ | 97 |
| 7 | La pression de référence | 98 |
| 7.1 | Détermination de la pression de référence p_{ref} | 98 |
| 7.2 | Comparaison de la méthode de l'expansion continue avec la méthode actuelle d'extrapolation | 103 |
| 8 | Perspectives | 114 |
| 8.1 | Bilan d'incertitude sur p_{ref} | 115 |
| 8.2 | Les flux gazeux parasites | 115 |
| 8.3 | L'expansion continue dans le volume Vol-1 | 117 |
| 8.4 | L'expansion continue dans le volume Vol-3 | 118 |

TABLE DES MATIÈRES

| | |
|---|------------|
| Conclusion | 120 |
| Annexes | 123 |
| A Influence de la température sur le flux gazeux | 123 |
| B Loi de distribution des vitesses de Maxwell–Boltzmann | 124 |
| C Principes physiques des manomètres de références de pression absolue | 127 |
| C.1 Manomètre à membrane capacitive | 127 |
| C.2 Manomètre à bille tournante | 129 |
| C.3 Manomètre à ionisation de type cathode chaude | 130 |
| C.4 Manomètre de type résonnant | 132 |
| D Surface de conduction | 133 |
| E Vitesse de pompage | 136 |
| Bibliographie | 137 |

Liste des tableaux

| | | |
|-----|---|-----|
| 1.1 | Caractéristiques générales du vide (indicatif) | 22 |
| 5.1 | Limites des flux gazeux théoriques, en fonction des pistons. | 67 |
| 6.1 | Paramètres théoriques du fluxmètre gazeux | 75 |
| 6.2 | Exemple du temps de mesure pour deux paliers d'étalonnage. | 76 |
| 6.3 | Paramètres d'étalonnage | 78 |
| 6.4 | Incertitude sur la mesure du déplacement du piston 2 de diamètre 5 mm (pour un déplacement de $\Delta x = 10$ mm) | 85 |
| 6.5 | Incertitude sur la mesure du déplacement du piston 1 de diamètre 20 mm (pour un déplacement de $\Delta x = 10$ mm) | 86 |
| 6.6 | Budget d'incertitude du fluxmètre au niveau de la conductance | 89 |
| 7.1 | Méthode actuelle par comparaison circulaire | 105 |
| 7.2 | Méthode d'extrapolation ramenée à l'expansion continue pour un rap- port $R_p \approx 81$ | 107 |
| 7.3 | Méthode d'extrapolation ramenée à l'expansion continue pour un rap- port $R_p \approx 106$ | 107 |
| 7.4 | Méthode par expansion continue pour un rapport $R_p \approx 81$ | 108 |
| 7.5 | Méthode par expansion continue pour un rapport $R_p \approx 106$ | 109 |
| 7.6 | Incertitude sur l'écart des écarts pour $R \approx 81$ | 112 |

Table des figures

| | | |
|-----|---|----|
| 1.1 | Schéma simplifié d'un système d'écoulement de gaz | 24 |
| 1.2 | Schéma d'une installation de vide | 26 |
| 1.3 | Écoulement gazeux dans un tube | 31 |
| 1.4 | Principe de l'équilibre de pression dynamique | 32 |
| 2.1 | Chaîne de raccordement des basses pressions absolues (dans la gamme de 15 000 Pa à 10^{-6} Pa). | 36 |
| 3.1 | Principe de l'expansion continue. | 43 |
| 3.2 | Principe de base de la technique du rapport de pressions | 45 |
| 3.3 | Principe de la méthode de mesure de pression par expansion continue | 49 |
| 4.1 | Schéma de l'enceinte XHV-RIBER | 54 |
| 4.2 | Représentation photographique de l'enceinte d'étalonnage | 56 |
| 4.3 | Représentation photographique de la vanne V_{C_v} et de son système de lecture | 57 |
| 4.4 | Principe de fonctionnement. | 58 |
| 5.1 | Principe de fonctionnement du fluxmètre gazeux à pression constante et volume variable (<i>avec l'aimable autorisation de F. Boineau</i>) | 61 |
| 5.2 | Vue fonctionnelle du banc fluxmètre gazeux (<i>avec l'aimable autorisation de F. Boineau</i>) | 63 |

TABLE DES FIGURES

| | | |
|-----|--|-----|
| 5.3 | Régulation de la variation de pression en dents de scie | 66 |
| 6.1 | Logigramme des différentes phases de l'étalonnage par expansion continue | 79 |
| 6.2 | Logigramme des différentes phases pour un cycle par expansion continue | 80 |
| 6.3 | Logigramme du traitement des résultats | 83 |
| 6.4 | Répétabilité de la conductance ($R_p \approx 100$) | 91 |
| 6.5 | Évolution de la valeur de la conductance en fonction du temps ($R_p \approx 100$) | 92 |
| 6.6 | Reproductibilité à long terme ($R_p = 100$) | 93 |
| 6.7 | Contributions de l'incertitude composée de u_c | 96 |
| 7.1 | Analyse du coefficient de corrélation entre le flux gazeux Q_c et la conductance C_v | 100 |
| 7.2 | Contribution des variances relatives sur p_{ref} | 103 |
| 7.3 | Écart relatif d'étalonnage suivant les deux méthodes | 110 |
| 7.4 | Zoom sur les écarts relatifs d'étalonnage entre 10 μ Pa et 1,0 mPa pour ($R_p \approx 81$) | 111 |
| 7.5 | Écarts relatifs des écarts d'étalonnage entre 1,0 μ Pa et 1,0 mPa . . . | 112 |
| 8.1 | Dispositif d'estimation des flux parasites | 116 |
| B.1 | Allure de la distribution de Maxwell-Boltzmann | 125 |
| C.1 | Schéma de principe du manomètre CDG | 128 |
| C.2 | Schéma de principe d'un manomètre à bille tournante | 129 |
| C.3 | Schéma de principe d'un manomètre à ionisation | 131 |
| D.1 | Plus grande distance entre deux parois de la conductance | 133 |
| D.2 | Calcul de la plus grande distance entre deux parois de la conductance | 134 |

TABLE DES FIGURES

- E.1 Cliché du manuel d'utilisation de la pompe Alcatel ATP 900 ; vitesse de pompage en fonction de la pression pour de l'azote. 900 désigne la vitesse max de pompage en litre par seconde à 10^{-6} mbar etc,. . . . 136

Introduction

Depuis Torricelli qui a démontré l'existence de la pression atmosphérique, d'autres hommes de science ont participé au développement des techniques du vide y compris Pascal dont l'unité de pression porte le nom. Une pression est définie de manière primaire comme le quotient d'une force appliquée normalement sur une surface. La force gravitationnelle est le produit d'une masse par l'accélération locale de la pesanteur. Il s'agit donc ici en suivant cette définition de définir un artefact, la balance de pression, capable de définir la pression via la masse, la surface et l'accélération de la pesanteur. Malheureusement pour mesurer des pressions inférieures à 1 Pa l'artefact ne peut être utilisé et c'est pourquoi pour mesurer le vide des manomètres de pression absolue sont plutôt utilisés. Au cours du dernier siècle des évolutions majeures tant sur la technologie des pompes que sur la technologie de capteurs ont permis d'améliorer la connaissance du vide. Au début du vingtième siècle l'arrivée des pompes à diffusion a eu pour effet de diminuer le vide limite atteint, en passant du millipascal au micropascal. Dans ce même temps, certains manomètres furent élaborés tels que la jauge de Knudsen pour les manomètres à vide primaire et la jauge de Penning pour les manomètres à cathode froide. Ces manomètres portent également le nom de leurs inventeurs. Dans la seconde partie du vingtième siècle, la pompe turbomoléculaire diminua considérablement le vide limite passant du micropascal au picopascal (lorsque cette pompe est associée à une pompe ionique ou à sublimateur de titane). Les manomètres les plus reconnus dans le domaine des très basses pressions absolues de cette fin de siècle sont les capteurs à cathode chaude et notamment de type Bayard-Alpert. Ces manomètres sont utilisés aujourd'hui dans l'industrie et la recherche car ils ont la possibilité d'être associés à d'autres cap-

teurs (comme une jauge de Pirani) permettant de couvrir une gamme de pressions de l'ordre de six décades. Actuellement, le Laboratoire Commun de Métrologie du LNE-Cnam (LCM) met en oeuvre des méthodes pour les étalonner avec des incertitudes de l'ordre de 5 % pour des pressions de l'ordre du millipascal et de l'ordre de 10 % pour des pressions de l'ordre du micropascal. Au niveau mondial, le laboratoire de métrologie allemand la PTB (Physikalisch Technische Bundesanstalt) est capable d'étalonner des manomètres avec une incertitude de 0,66 % pour des pressions de l'ordre de 10 mPa et de l'ordre de 3 % pour des pressions au niveau de 0,1 μ Pa. L'étude menée ici s'inscrit dans le cadre d'un financement de la métrologie française, au sein de la section Pression / Vide du département Masse et grandeurs dérivées du LCM. J'ai donc eu pour objectif de développer une nouvelle méthode dite par expansion continue (ou expansion dynamique) pour l'étalonnage des manomètres de pressions absolues entre le millipascal et le micropascal afin de diminuer d'un facteur deux les incertitudes actuelles d'étalonnage. La mesure de pression par la méthode d'expansion continue est primaire et doit non seulement permettre l'amélioration des incertitudes d'étalonnage en basses pressions absolues mais aussi la pérennisation de celle-ci. Le département Masse et grandeurs dérivées s'est doté d'une enceinte pour la mise en oeuvre de cette méthode en 1998. Une pré-étude en 2002 avait conclu à la faisabilité du projet moyennant la conception d'un fluxmètre gazeux à pression constante. Cet équipement réalisé et caractérisé en 2010 a permis de débiter l'étude de l'expansion continue à la fin de 2011.

Les deux premiers chapitres sont consacrés à un rappel des notions théoriques utilisées afin de mieux aborder le contenu de ce mémoire et à la présentation du raccordement des basses pressions absolues du laboratoire.

Le chapitre 3 traite de l'état de l'art des méthodes primaires pour l'étalonnage des capteurs de vide. Une attention particulière est portée sur la méthode d'expansion continue, développée par le laboratoire et appuyée par la technique du rapport de pressions.

Pour expliquer le développement de cette nouvelle méthode, les chapitres 4 et 5

permettront au lecteur de se familiariser avec les deux principaux moyens de mise en oeuvre de l'expansion continue : l'enceinte et le fluxmètre gazeux à pression constante. La présentation, le fonctionnement et l'utilisation des ces moyens sont exposés dans ce document.

L'un des chapitres majeurs de ce document est le chapitre 6. Dans un premier temps, il sera consacré à la vérification de la faisabilité de la méthode. Il sera question des conditions expérimentales. En effet, les grandeurs tels que les pressions, les volumes, la conductance et le flux gazeux sont soumis à des exigences particulières. Dans un second temps, ce mémoire décrit les différents paramètres qui composent la mesure via l'expansion continue. Ces mesures expérimentales ont permis de développer et d'optimiser les paramètres liés à la mesure de flux gazeux, de la conductance et du rapport de pressions. Elles font l'objet d'une étude métrologique pour quantifier leur contribution à l'incertitude finale sur la détermination de la pression de référence.

L'autre chapitre majeur, le chapitre 7 est consacré à la détermination de la pression de référence. La caractérisation métrologique des paramètres qui la composent permet d'étudier son incertitude. Enfin, une comparaison entre la méthode actuelle et la méthode par expansion continue est établie.

Avant de conclure, nous traitons des perspectives et démarches d'amélioration continue. L'incertitude prépondérante sur la pression de référence est la corrélation entre la conductance et le rapport de pressions. De plus, un dispositif est proposé pour diminuer la contribution des incertitudes les plus importantes dans la mesure du flux gazeux. Enfin, deux autres approches de la méthode d'expansion continue sont évoquées.

Chapitre 1

Définitions

Afin de permettre au lecteur de mieux comprendre la mesure du vide par la méthode de l'expansion continue, ce chapitre propose dans un premier temps d'énoncer quelques notions théoriques. Celle du vide sera abordée à travers sa caractérisation et le régime d'écoulement d'un gaz. Les notions d'écoulement moléculaire d'un gaz, de flux gazeux et de conductance d'une canalisation permettront d'introduire le principe de la méthode développée dans ce mémoire.

1.1 Caractéristiques du vide et du régime d'écoulement

Au sein d'un espace limité et donc d'un volume constant, un gaz exerce une pression. Une matière gazeuse est susceptible de couvrir une très large gamme de pressions. On nomme "vide" l'état d'un volume gazeux dont la pression est inférieure à la pression atmosphérique. Par commodité, on divise le vide en cinq sous domaines : vide primaire, vide moyen, vide poussé, ultravide et extrême-ultravide [1](*cf.* tableau 1.1).

Un critère général pour caractériser le vide dans un système est le libre parcours moyen λ d'une molécule. Soit la valeur moyenne de la distance parcourue par une molécule entre deux chocs successifs. Il est défini par :

$$\lambda = \frac{1}{n_a \cdot \sigma}, \quad (1.1)$$

où n_a est la concentration de molécules exprimée en m^{-3} et σ la section efficace de collision. Pour les molécules d'azote à une pression de 1013 hPa, le libre parcours moyen d'une molécule est d'environ 70 nm (environ 200 fois le diamètre d'une molécule). Cela signifie qu'une molécule parcourt en moyenne 70 nm entre deux collisions.

Le vide est donc constitué de molécules de gaz dont les collisions sont définies par λ . Sous l'action de différentes grandeurs telles que la température, la pression et le volume, les molécules qui constituent le vide peuvent évoluer pour créer un régime d'écoulement. Celui-ci est donc associé à des dimensions d'espace telles que λ et ℓ où ℓ est la plus petite distance d'une canalisation quelconque dans laquelle les molécules se meuvent. Il est défini par le rapport K_n appelé le nombre de Knudsen :

$$K_n = \frac{\lambda}{\ell}. \quad (1.2)$$

La valeur de K_n permet de déterminer le régime d'écoulement d'un gaz. Dans le cas d'un vide primaire, pour des pressions inférieures à la pression atmosphérique (10^5 Pa) et jusqu'à 3300 Pa, le régime d'écoulement est dit visqueux. En effet dans ce cadre, le libre parcours moyen est très inférieur à la dimension caractéristique du volume considéré ($K_n \ll 1$). Pour le vide moyen, à des pressions comprises entre 3300 Pa et 0,1 Pa, le régime d'écoulement est appelé intermédiaire et le libre parcours moyen est inférieur ou égal aux dimensions du volume considéré ($K_n \leq 1$). Enfin, à partir de pressions inférieures à 0,1 Pa, le libre parcours moyen des molécules gazeuses devient supérieur aux dimensions du volume. La dynamique du gaz est caractérisée par un régime d'écoulement appelé moléculaire. Ainsi, pour le vide poussé, l'ultravide et l'extrême-ultravide, le libre parcours moyen devient très élevé par rapport aux dimensions du volume dans lequel se trouve les molécules

1.2. FLUX ET DÉBIT GAZEUX

du gaz considéré ($K_n \gg 1$) . Le tableau 1.1 donne les différentes gammes et les caractéristiques générales du vide [2].

TABLE 1.1 – Caractéristiques générales du vide (indicatif)

| Dénomination du vide | Gamme de pression (Pa) | Régime d'écoulement | Libre parcours moyen de l'azote N_2 (m) | Densité moléculaire (m^{-3}) |
|----------------------|------------------------|---------------------|---|----------------------------------|
| Primaire | 10^5 à 3300 | Visqueux | $(\lambda \ll \ell)$ 10^{-7} à 10^{-6} | 10^{25} à 10^{23} |
| Moyen | 3300 à 0,1 | Intermédiaire | $(\lambda \approx \ell)$ 10^{-6} à 10^{-3} | 10^{23} à 10^{19} |
| Poussé | 0,1 à 10^{-4} | Moléculaire | $(\lambda > \ell)$ 10^{-3} à 10^2 | 10^{19} à 10^{16} |
| Ultravide | 10^{-4} à 10^{-10} | | $(\lambda \gg \ell)$ 10^2 à 10^8 | 10^{16} à 10^{10} |
| Extrême-ultravide | $< 10^{-10}$ | | $(\lambda \gg \gg \ell)$ $> 10^8$ | $< 10^{10}$ |

En régime d'écoulement moléculaire, les chocs avec les parois de la canalisation sont majoritaires et constituent l'essentiel de la résistance à l'écoulement du gaz.

1.2 Flux et débit gazeux

De façon générale, un flux gazeux désigne la quantité de gaz qui traverse une surface par unité de temps. Les définitions qui suivent se rapportent aux flux gazeux les plus utilisés dans les techniques du vide : Q_m et Q ; respectivement le flux gazeux molaire et le flux gazeux à pression-volume unitaire.

1.2.1 Le flux gazeux molaire Q_m

La grandeur qui définit rigoureusement le flux gazeux est le flux gazeux molaire. Celui-ci correspond au nombre de moles de gaz dn traversant une section donnée pendant un temps dt . Le flux gazeux molaire s'exprime donc de la façon suivante :

$$Q_m = \frac{dn}{dt}, \quad (1.3)$$

1.2. FLUX ET DÉBIT GAZEUX

son unité SI (Système international d'unités) étant la $\text{mol}\cdot\text{s}^{-1}$.

1.2.2 Le flux gazeux à pression-volume unitaire Q

Dans le domaine du vide, le flux gazeux en unité pression-volume Q est utilisé pour des raisons pratiques. Sa définition est donnée par la variation de l'énergie ($p \cdot V$) du gaz, à une température T , pendant un temps dt [3] :

$$Q = \frac{d(p \cdot V)}{dt}, \quad (1.4)$$

à la température T .

Dans ce mémoire, le fluxmètre gazeux étudié mesure le flux gazeux Q à pression constante avec comme unité SI le $\text{Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$. L'utilisation de Q nécessite de préciser la température à laquelle il se réfère.

1.2.3 Correspondance entre Q et Q_m

Pour les notions de flux gazeux molaire et de flux gazeux, il est important de comprendre les unités de ces deux expressions. La figure 1.1 permet d'appréhender le flux pour un gaz parfait :

1.2. FLUX ET DÉBIT GAZEUX

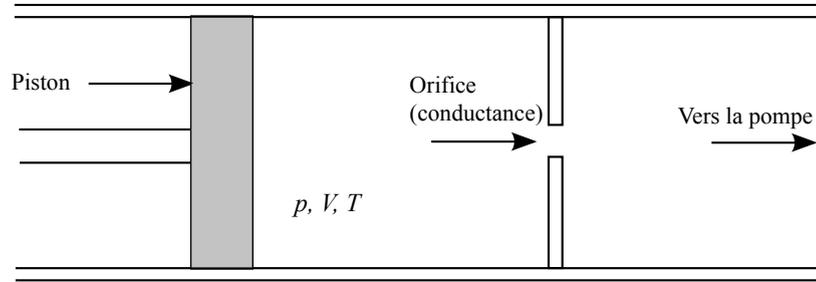


FIGURE 1.1 – Schéma simplifié d'un système d'écoulement de gaz

Un volume cylindrique est divisé en deux par une plaque avec un petit orifice. Un piston bien ajusté est inséré dans une extrémité, et l'autre extrémité est attachée à une pompe à vide. En actionnant le piston et la pompe, on laisse un gaz parfait à la pression p et à la température T du côté du volume V du cylindre. (Bien que ce système soit assez simple, il peut être utilisé pour mesurer des débits) [4].

Dans des conditions d'équilibre, l'équation d'état d'un gaz parfait à chaque instant est :

$$p \cdot V = n \cdot R \cdot T, \quad (1.5)$$

où n est le nombre de moles du gaz contenu dans le réservoir de flux gazeux à pression-volume unitaire de volume V , R est la constante molaire des gaz ($R = 8,314\,472\text{ J}\cdot\text{K}^{-1}\cdot\text{mol}^{-1}$ CODATA 2011 (Committee on Data for Science and Technology)) et T est la température absolue du gaz.

Quand le dispositif de la figure 1.1 est en fonctionnement, le volume V varie. Il est supposé que le processus soit assez lent pour que la pression p ne varie pas, et que la capacité calorifique des parois de l'ensemble soit assez grande pour que le dispositif soit isotherme. De ce fait on obtient l'équation suivante :

$$\frac{dV}{dt} = \frac{dn}{dt} \cdot \frac{R \cdot T}{p}. \quad (1.6)$$

En remplaçant dn/dt par Q_m dans l'équation 1.3, on obtient

$$\frac{dV}{dt} = Q_m \cdot \frac{R \cdot T}{p}. \quad (1.7)$$

Puisque la pression p est considérée constante :

$$\frac{d}{dt}(p \cdot V) = \frac{p \cdot dV}{dt} = Q = Q_m \cdot R \cdot T. \quad (1.8)$$

Ainsi Q possède les dimensions suivantes¹ :

$$[Q] = (M \cdot L^{-1} \cdot T^{-2}) \cdot L^3 \cdot T^{-1}, \quad (1.9)$$

$$[Q] = (N \cdot T^{-1}) \cdot (M \cdot L^2 \cdot T^{-2} \cdot \theta^{-1} \cdot N^{-1}) \cdot \theta. \quad (1.10)$$

Puisque l'équation 1.10 montre que le flux gazeux Q dépend de la température, il sera très important de préciser par la suite à quelle température celui-ci a été mesuré (*cf.* Annexe 1).

1.2.4 Différentes expressions du flux gazeux

Suivant les domaines techniques considérés, les utilisateurs emploient un jargon et des unités spécifiques. Pour quantifier des débits référencés à la pression atmosphérique, ils utilisent le débit massique Q_g d'unité $\text{kg} \cdot \text{s}^{-1}$ et le débit volumique Q_v d'unité $\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$. L'utilisation de Q_g nécessite de préciser le gaz considéré alors que pour Q_v il convient de définir la pression et la température (raison pour laquelle l'expression de Q_v est le plus souvent référencée aux CNTP au travers de Q_{v_n} où l'indice n désigne les conditions normales de température et de pression $T_n = 273,15 \text{ K}$ et $p_n = 101\,325 \text{ Pa}$).

1. L'équation aux dimensions de l'énergie est : $[W] = M \cdot L^2 \cdot T^{-2}$ (l'unité SI de R est pour rappel le $\text{J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$)

1.3 Pompage et conductance

1.3.1 La notion de pompage

Chaque installation de vide se compose d'un volume à l'intérieur duquel il faut obtenir et entretenir le vide, d'une pompe à vide qui évacue ce volume et d'une canalisation (orifice) qui les relie (cf. figure 1.2) :

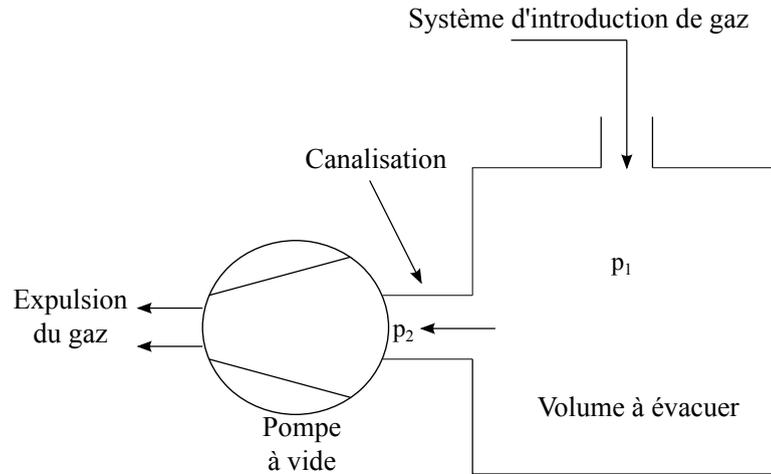


FIGURE 1.2 – Schéma d'une installation de vide

Lorsque la pompe est mise en marche, le gaz se trouvant dans le volume se dirige vers la pompe. De nouvelles quantités de gaz venant d'un système d'injection refoule le gaz au travers la canalisation. Sans introduction de gaz dans le volume, le pompage permet la diminution de la quantité de gaz contenue dans l'installation : la pression p_1 diminue. La pression dans le volume de l'enceinte chute et la dilatation du gaz produit un abaissement de la température. En réalité, l'inertie thermique de l'installation est tellement grande (par rapport aux pertes de chaleur dues à la dilatation) que la température du dispositif ainsi que celle du gaz restent constantes. Lors du pompage la pression diminue dans toute l'installation mais la pression p_1 de l'enceinte diminue plus lentement que la pression p_2 à l'orifice de la pompe $p_2 < p_1$. La notion de vitesse de pompage permet de comprendre ces écarts de pression.

Le débit volumique S_1 est défini comme étant le quotient du volume de gaz dV passant de l'enceinte dans la canalisation pendant un intervalle de temps dt à la pression p_1 [1] :

$$S_1 = \left(\frac{dV}{dt} \right)_{p_1} . \quad (1.11)$$

De manière analogue, le débit volumique de la pompe S_p est défini par :

$$S_p = \left(\frac{dV_c}{dt} \right)_{p_2}, \quad (1.12)$$

où dV_c est le plus petit volume de gaz aspiré par la pompe dans la canalisation pendant un temps dt .

D'une manière générale, dans les techniques du vide, le débit volumique S d'un système de pompage est le plus souvent défini à partir de la notion de flux gazeux Q :

$$Q = \frac{p \cdot dV}{dt} = S_p \cdot p. \quad (1.13)$$

Les débits volumiques S_p et S_1 ont comme unité SI le $\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$.

1.3.2 La notion de conductance

1.3.2.1 Généralités

Dans le domaine de la science et des techniques du vide, Knudsen fut le premier à présenter en 1909, la notion d'impédance ou résistance d'une canalisation au sens électrique [5].

Il existe des analogies entre les installations de vide et les réseaux électriques parcourus par un courant continu. L'intensité du courant est proportionnelle au nombre de charges qui traversent la section du conducteur par unité de temps. De même, le flux gazeux est proportionnel au nombre de molécules qui traversent une section de canalisation par unité de temps (*cf.* l'équation 1.8). La pression p_2 , à l'orifice d'aspiration de la pompe est plus basse que celle de l'enceinte p_1 . La pression dans la canalisation est comprise entre ces deux valeurs et diminue en direction de la pompe. La différence de pression ($p_1 - p_2$) est due à la résistance qu'oppose la canalisation à l'écoulement du gaz qui constitue un mouvement orienté des molécules gazeuses. Ces molécules ne peuvent être créées ni détruites : leur mouvement est donc analogue à celui des charges dans un circuit électrique. La variation de pression dans une installation de vide a pour similitude la variation de tension dans un

1.3. POMPAGE ET CONDUCTANCE

circuit électrique. La chute de tension dans une résistance électrique correspond à la chute de pression dans l'installation de vide. Celle-ci est due à l'impédance Z des différents éléments (canalisations, orifices, restrictions, *etc.*) [1]. Poursuivant cette analogie Dushman, introduisit en 1949, le concept de conductance C , défini par la relation [1] :

$$C = \frac{1}{Z}, \quad (1.14)$$

$$C = \frac{Q}{p_e - p_s}, \quad (1.15)$$

où Q est le flux gazeux, p_e la pression en entrée de la canalisation et p_s la pression en sortie de la canalisation. La conductance est donc exprimée en $\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$. Donc pour deux volumes, Vol_1 et Vol_2 de pressions respectives p_1 et p_2 (avec $p_1 > p_2$), un flux Q apparaît lorsqu'existe une ouverture de conductance C , placée volontairement (vanne, orifice) ou non (présence d'une fuite).

$$Q = C \cdot (p_1 - p_2). \quad (1.16)$$

Il faut faire attention à ne pas confondre la notion de conductance C avec celle de débit volumique (vitesse de pompage) S , bien qu'elles s'expriment dans les mêmes unités. En effet, chaque élément de canalisation peut être considéré comme une pompe pour un élément qui le précède ; il n'y a d'ailleurs pas de différence entre la vitesse de pompage et le débit volumique. La conductance peut être matérialisée par différentes formes géométriques simples (cylindre, diaphragme, et autres). Pour les cas les plus élémentaires, elle peut être calculée dimensionnellement. Le paragraphe suivant présente le calcul théorique d'une conductance d'un diaphragme et d'un cylindre.

1.3.2.2 Calcul de la conductance d'un diaphragme.

En régime d'écoulement moléculaire, les chocs avec la paroi de la canalisation sont majoritaires. Pour faciliter le calcul, on considère donc que la résistance à l'écoulement du gaz est donc due uniquement aux chocs des molécules contre la

1.3. POMPAGE ET CONDUCTANCE

paroi. Un diaphragme peut être assimilé à un trou de faible épaisseur. En régime moléculaire, il n'y a pas de force qui attire les molécules d'un volume à un autre, seule l'agitation thermique permettant à certaines molécules de traverser cet orifice. Par conséquent, il existe un nombre de molécules entrant et sortant. Si l'on désigne par ν_1 le nombre de molécules par unité de temps et de surface entrantes et par ν_2 , pour le nombre de molécules par unité de temps et de surface sortantes, le débit massique peut s'exprimer sous la forme :

$$Q_g = m \cdot (\nu_1 - \nu_2) \cdot A, \quad (1.17)$$

où m est la masse d'une molécule et A la surface de conduction.

De plus, le nombre de molécules par unité de temps et de surface est donné par la relation suivante [6] :

$$\nu = \frac{n \cdot v_m}{4}, \quad (1.18)$$

où n est la concentration molaire et v_m la vitesse arithmétique moyenne de toutes les molécules qui est déterminée à partir de la loi de distribution des vitesses de Maxwell-Boltzmann (*cf.* annexe B). Pour une température donnée, v_m s'exprime de la façon suivante :

$$v_m = \sqrt{\frac{8 \cdot k \cdot T}{\pi \cdot m}}, \quad (1.19)$$

où k est la constante de Boltzmann ($k = 1,3806488 \text{ J.K}^{-1}$ CODATA 2011).

En combinant les équations 1.17 et 1.18 on obtient le débit massique Q_g en fonction de la concentration molaire :

$$Q_g = \frac{1}{4} \cdot m \cdot v_m \cdot (n_1 - n_2) \cdot A. \quad (1.20)$$

Si l'on considère la masse volumique unitaire en unité de pression, notée $\rho = (m \cdot n)/p$, exprimée en $\text{kg.m}^3 \cdot \text{Pa}^{-1}$, et la loi des gaz parfaits : $p = n \cdot k \cdot T$ on a donc :

$$\rho = \frac{m}{k \cdot T}, \quad (1.21)$$

1.3. POMPAGE ET CONDUCTANCE

d'où en fonction de la différence de pression de part et d'autre du diaphragme, le débit massique s'exprime :

$$Q_g = \frac{1}{4} \cdot \rho \cdot v_m \cdot (p_1 - p_2) \cdot A. \quad (1.22)$$

Ainsi, en divisant le débit massique Q_g par la masse volumique unitaire et en explicitant v_m , nous obtenons la valeur du flux gazeux Q qui traverse un diaphragme de surface A :

$$Q_g = Q \cdot \rho, \quad (1.23)$$

où

$$Q = \sqrt{\frac{k \cdot T}{2\pi \cdot m}} \cdot (p_1 - p_2) \cdot A = \frac{A}{\sqrt{2\pi \cdot \rho}} (p_1 - p_2). \quad (1.24)$$

D'après les équations 1.16 et 1.24 la conductance C_{dia} d'un diaphragme en régime moléculaire est [1] :

$$C_{dia} = \sqrt{\frac{k \cdot T}{2\pi \cdot m}} \cdot A. \quad (1.25)$$

1.3.2.3 Conductance d'un élément de canalisation cylindrique

En reprenant les mêmes hypothèses que précédemment, on peut définir le débit massique d'un élément de canalisation de longueur infinie. Il est traditionnel de définir le débit massique de la manière suivante [6] :

$$Q_g = \frac{1}{6} \cdot \sqrt{2\pi \cdot \rho} \cdot D^3 \cdot \frac{\Delta p}{\Delta l}, \quad (1.26)$$

où D est le diamètre de la canalisation, Δl la distance latérale d'un volume unitaire à l'intérieur de la canalisation illustrée par la figure 1.3 et ΔP la différence de pression de part et d'autre du volume unitaire.

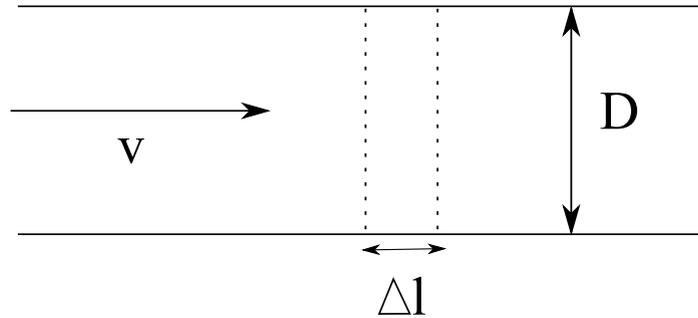


FIGURE 1.3 – Écoulement gazeux dans un tube

Puisque le flux gazeux Q est le quotient du débit massique par la masse volumique unitaire (1.23), on obtient la relation suivante :

$$Q = \frac{1}{6} \cdot \sqrt{\frac{2\pi}{\rho}} \cdot \frac{D^3}{\Delta l} \cdot \Delta P. \quad (1.27)$$

Malheureusement, cette relation n'est applicable qu'aux canalisations dont la longueur est suffisamment grande par rapport au diamètre. En effet, si Δl tend vers zéro, le flux gazeux tend vers l'infini, ce qui est aberrant. Clausing [7] a déterminé, de manière empirique, un coefficient α qui permet de calculer la conductance d'une canalisation de longueur L finie :

$$\alpha = \frac{1}{1 + 1,33 \cdot \frac{D}{L}}. \quad (1.28)$$

Enfin la conductance d'un élément de canalisation cylindrique peut-être calculée grâce aux équations 1.16, 1.21 et 1.27 soit :

$$C = \frac{1}{6} \cdot \sqrt{\frac{2\pi}{\rho}} \cdot \frac{D^3}{L} \cdot \alpha. \quad (1.29)$$

Finalement, au vu des équations 1.25 et 1.29, une propriété très importante de la conservation du flux gazeux en régime moléculaire est déduite : la conductance d'un élément de canalisation est indépendante de la pression moyenne, quelle que soit sa géométrie.

1.3.2.4 Approche expérimentale

Il n'est pas possible de déterminer une conductance aux géométries complexes par calcul comme précédemment. Sa détermination peut toutefois se réaliser de manière empirique [8]. La conductance est constante en régime moléculaire et augmente si le régime change et si la pression s'élève. Cette détermination sera abordée à la section 3.5.2.

1.4 Un équilibre de pressions dynamiques

Considérons un flux gazeux constant s'écoulant dans une enceinte à vide, en pompage, constituée de deux volumes séparés par une conductance selon la figure 1.4 :

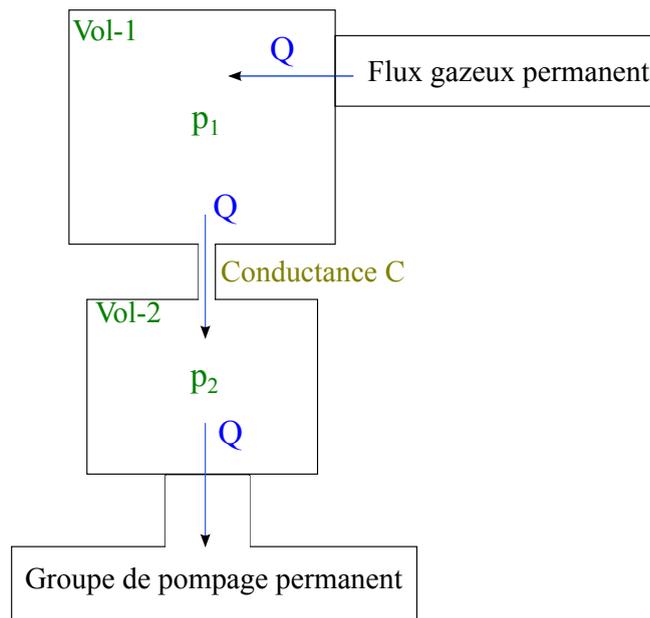


FIGURE 1.4 – Principe de l'équilibre de pression dynamique

A température constante, le flux gazeux entrant dans le volume Vol-1 sortant du volume Vol-2 est le même : il est donc constant. La pression p_2 dans le volume Vol-2 est inférieure à la pression p_1 du volume Vol-1.

Admettons que le système soit isotherme, sans fuite, et avec un flux de dégazage nul. Compte tenu de ces hypothèses, la circulation des molécules est continue

1.4. UN ÉQUILIBRE DE PRESSIONS DYNAMIQUES

et leur nombre total est invariant. Lorsque le système est à l'équilibre, le nombre de moles qui traversent l'espace d'une section élémentaire par unité de temps, noté N_t , est le même pour chaque portion élémentaire de canalisation sinon la température varierait. En reprenant l'équation 1.8, on définit le flux molaire ramené aux unités SI :

$$Q = N_t \cdot k \cdot T. \quad (1.30)$$

Le flux gazeux est donc identique pour tout élément de canalisation. Considérons maintenant la concentration molaire n_i du gaz à cet endroit. La vitesse de pompage d'une section i , noté S_i exprimé en $\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$, est alors :

$$S_i = \frac{N}{n_i}. \quad (1.31)$$

En régime d'écoulement moléculaire, le libre parcours moyen est supérieur ou égal aux dimensions du volume où les molécules se trouvent. Les chocs avec la paroi sont majoritaires, et l'on peut négliger les chocs entre les molécules (*cf.* la section 1.1). La vitesse de pompage d'un élément de canalisation, dépend donc uniquement de sa géométrie. S'il n'y a pas de chocs entre les molécules, il n'y a pas de phénomène d'entraînement lié à la pression. L'équation des gaz parfaits (1.5) permet de relier la vitesse de pompage d'un élément de canalisation i à la pression P_i , au flux gazeux Q de l'équation 1.30 :

$$Q = S_i \cdot P_i. \quad (1.32)$$

D'où, bien que l'écoulement gazeux soit permanent, si le flux gazeux incident est constant, alors la pression de l'élément de canalisation i l'est aussi. C'est ce que l'on nomme un *équilibre de pression dynamique*. Au sein de la section Pression / Vide du département Masse et grandeurs dérivées du LCM, les étalonnages en vide poussé et ultra-vide sont réalisés selon ce type d'équilibre, de manière à compenser le flux de dégazage résiduel de l'enceinte. En revanche pour des pressions supérieures à 0,1 Pa

1.4. UN ÉQUILIBRE DE PRESSIONS DYNAMIQUES

les étalonnages sont effectués à pression statique constante.

Le chapitre suivant expose la chaîne de raccordement des basses pressions absolues du laboratoire.

Chapitre 2

Le raccordement des basses pressions absolues au LCM

Ce chapitre décrit la traçabilité des manomètres de référence de basses pressions absolues (*cf.* annexe C) à partir de l'étalon primaire du laboratoire.

La pression est définie de manière primaire comme le quotient d'une force appliquée normalement sur une surface. Dans notre cas la force sera le produit d'une masse par l'accélération locale de la pesanteur. Cette force est appliquée perpendiculairement sur une surface dite *section efficace* d'un piston, soit la moyenne des sections du piston et du cylindre déterminée par un étalonnage dimensionnel [9]. L'étalon primaire matérialisant le plus fidèlement cette définition est la balance manométrique, constituée d'un ensemble piston-cylindre et d'un jeu de masses étalons.

Au laboratoire, l'étalonnage primaire pour le raccordement des basses pressions absolues, dans la gamme de 0,5 Pa à 15 000 Pa, s'effectue à l'aide du manomètre numérique à piston non rotatif FPG (Forced Piston Gauge) du constructeur DH Instruments (États-Unis). Cet étalon est raccordé métrologiquement à une balance manométrique conventionnelle à piston tournant d'un ensemble piston-cylindre de section 20 cm².

Pour des pressions inférieures à 1 Pa, une réalisation par l'artefact d'un ensemble piston-cylindre n'est plus possible car la force est trop faible à mesurer directement. Les étalons de référence au LCM sont des manomètres à membrane capacitive (CDG : Capacitance Diaphragm Gauge ; Manomètre à membrane capacitive), des

manomètres à bille tournante (SRG : Spinning Rotor Gauge; Manomètre à bille tournante) et des manomètres à ionisation (HCG : Hot Cathode Gauge; Manomètre à cathode chaude). Chacun de ces manomètres utilise un principe physique différent permettant la détermination de la pression (*cf.* annexe C). Le raccordement métrologique des manomètres HCG s'effectue par comparaison directe avec des manomètres SRG puis par extrapolation avec une vérification de la linéarité à l'aide d'une comparaison circulaire (quand la comparaison directe n'est plus possible *cf.* section 7.2) entre au moins trois capteurs du même type. Les manomètres SRG et HCG sont sensibles à la nature du gaz. Par convention, dans tout ce mémoire, les mesures et les incertitudes sont données pour de l'azote.

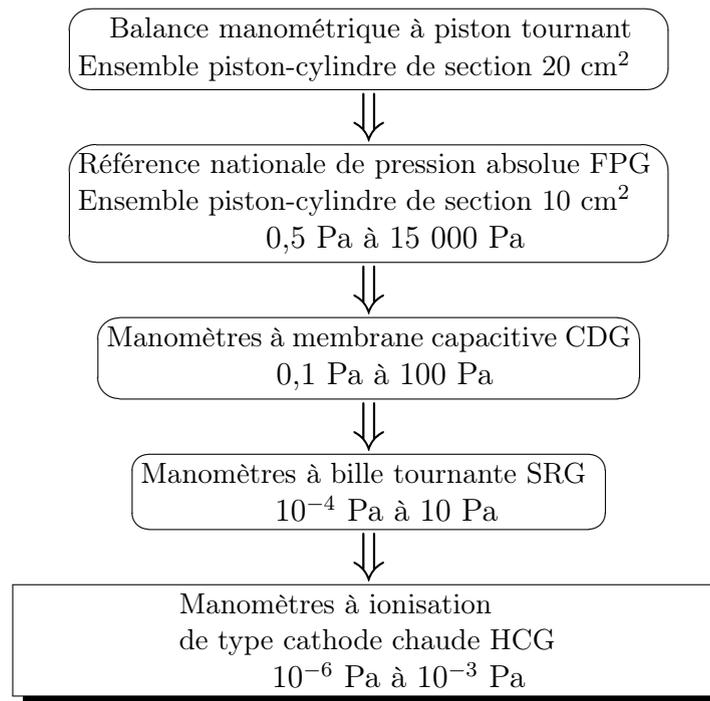


FIGURE 2.1 – Chaîne de raccordement des basses pressions absolues (dans la gamme de 15 000 Pa à 10^{-6} Pa).

Le travail de ce mémoire a pour objectif d'améliorer la chaîne de raccordement des basses pressions absolues dans le domaine des manomètres HCG, par une méthode

dite primaire : celle de l'expansion continue.

2.1 Les pressions absolues de 0,5 Pa à 15 kPa

Le FPG permet d'obtenir une pression de référence P_r entre 0,5 Pa et 15 000 Pa avec une incertitude élargie ($k=2$) :

$$U_{FPG} = 4,0 \cdot 10^{-5} \times P_r + 0,015 \text{ Pa} \quad (2.1)$$

Le manomètre FPG est l'étalon de référence pour tous les manomètres à membrane capacitive. Le manomètre capacitif de référence du laboratoire est nommé CDG1 et est étalonné jusqu'à 100 Pa par comparaison directe.

2.2 Les pressions absolues de 0,1 Pa à 100 Pa

Enoncé précédemment, le manomètre capacitif CDG1 permet d'obtenir une pression de référence P_r entre 0,1 Pa et 100 Pa avec une incertitude élargie ($k=2$) :

$$U_{CDG1} = 3,5 \cdot 10^{-4} \times P_r + 0,0070 \text{ Pa} \quad (2.2)$$

Ce manomètre raccorde tous les manomètres à membrane capacitive de cette gamme ainsi que les manomètres à bille tournante SRG.

2.3 Les pressions absolues entre 100 μ Pa et 1 Pa

Dans la gamme de pression entre 100 μ Pa et 1 Pa, la pression de référence P_r est obtenue avec un manomètre à bille tournante. Celui-ci est étalonné dans la gamme de 0,1 Pa à 2,0 Pa par comparaison directe avec le manomètre CDG1 afin de déterminer le coefficient d'accommodation σ (*cf.* annexe C). Dans la gamme de 100 μ Pa à 0,1 Pa, la linéarité de chaque manomètre SRG est estimée par comparaison circulaire entre au moins trois des manomètres SRG dont les coefficients d'accommodation ont été

2.4. LES PRESSIONS ABSOLUES ENTRE 1 μ PA ET 1 MPA

déterminés au cours d'un même étalonnage. Le décalage du zéro ou l'offset OFS_{SRG} du manomètre est obtenu aux pressions inférieures à $1 \cdot 10^{-5}$ Pa par comparaison directe au manomètre à ionisation de type cathode chaude :

$$OFS_{SRG} = P_{SRG} - P_{réf_{HCG}}, \quad (2.3)$$

où P_{SRG} est la pression relevée sur le manomètre à bille tournante et $P_{réf_{HCG}}$ est la pression de référence relevée sur le manomètre à ionisation de type cathode chaude corrigée de son coefficient correction linéaire.

Ainsi, les meilleurs manomètres à bille tournante SRG permettent d'obtenir la pression P_r de référence dans la gamme de $1 \cdot 10^{-4}$ Pa à 1 Pa avec une incertitude élargie ($k=2$) :

$$U_{SRG} = 5,0 \cdot 10^{-3} \times P_r + 7,0 \cdot 10^{-6} \text{ Pa} \quad (2.4)$$

Cette incertitude a été validée lors d'une comparaison clé Euromet [10].

2.4 Les pressions absolues entre 1 μ Pa et 1 mPa

Dans la gamme de pression entre 1 μ Pa et 1 mPa, la pression de référence P_r est obtenue avec un manomètre à ionisation de type cathode chaude. La pression d'un manomètre à ionisation est définie selon l'équation C.2 vue dans l'annexe C.3. Le coefficient d'ionisation K_i peut s'exprimer en fonction d'une constante A , qui varie selon les propriétés du gaz, la géométrie du capteur, et du coefficient de correction linéaire K :

$$P = K \cdot \frac{i_{col} - i_r}{A \cdot i_-}, \quad (2.5)$$

voir l'annexe C pour la définition des courants i_{col} , i_r , i .

Le coefficient K du manomètre à cathode chaude est calculé par une méthode de sensibilité différentielle. Le rapport K_j entre l'accroissement de pression du manomètre à bille tournante, et celui à cathode chaude, est calculé pour chaque palier

2.4. LES PRESSIONS ABSOLUES ENTRE 1 μ Pa ET 1 MPa

de pression j dans le domaine de recouvrement de $7 \cdot 10^{-5}$ Pa et $1 \cdot 10^{-3}$ Pa, selon l'expression :

$$K_j = \frac{(P_j - P_{j-1})_{SRG}}{(P_j - P_{j-1})_{HCG}}, \quad (2.6)$$

où $(P_j)_{SRG}$ et $(P_j)_{HCG}$ sont les pressions respectivement indiquées par le manomètre à bille tournante et le manomètre à ionisation, au palier de pression j . Le coefficient K est la moyenne des coefficients K_j , effectuée sur les points de pression compris entre 70 μ Pa et 1,0 mPa. La pression de référence $P_{réf_{HCG}}$ est alors calculée en chaque point à partir de l'indication du manomètre à cathode chaude P_{HCG} et du coefficient K :

$$P_{réf_{HCG}} = P_{HCG} \times K. \quad (2.7)$$

De manière générale, le coefficient K des manomètres HCG n'est pas suffisamment stable dans le temps et peut varier de 1 % voire de 2 % d'un étalonnage à l'autre. Pour pallier cet inconvénient, pendant l'étalonnage d'un manomètre client, on calcule le coefficient K du manomètre à cathode chaude de référence à chaque cycle de mesure, ce qui permet de s'affranchir de sa dérive à court terme.

Les écarts de linéarité des manomètres à cathode chaude sont estimés à l'aide d'une comparaison circulaire entre au moins trois manomètres de référence. Ainsi, les incertitudes élargies ($k = 2$) associées à nos manomètres à cathode chaude de référence, constituées pour la plus grande partie des écarts de linéarité, sont relativement disparates : de 100 nPa à 300 nPa sur la valeur du talon et de $3,5 \cdot 10^{-2}$ à $6,0 \cdot 10^{-2}$ sur la valeur de la pente. L'incertitude élargie ($k = 2$) associée au meilleur de nos manomètres entre 10^{-6} Pa et 10^{-3} Pa est :

$$U_{HCG} = 5,0 \cdot 10^{-2} \times P_r + 1,0 \cdot 10^{-7} \text{ Pa}. \quad (2.8)$$

Cette incertitude est enregistrée dans la base du BIPM (Bureau International des Poids et Mesures) et celle-ci correspond aux CMC (Calibration and Measurement Capabilities), soit les meilleures possibilités d'incertitudes d'étalonnage réalisables

2.4. LES PRESSIONS ABSOLUES ENTRE 1 μ Pa ET 1 MPa

par le laboratoire dans ce domaine de pressions.

Pour mettre en œuvre la mesure par expansion continue, le Département Pression-Vide a acquis en 1998 une enceinte ultra-vide et a développé un fluxmètre gazeux à pression constante [3]. Avec cette méthode, la pression de référence entre 1 μ Pa et 1 mPa sera obtenue à partir de la mesure de pressions par un manomètre à bille tournante, pour laquelle l'incertitude relative ($k = 2$) sur la pression mesurée est dix fois inférieure à celle d'un manomètre à ionisation, soit 0,5 %, et d'un flux gazeux de référence dont l'incertitude relative ($k = 2$) de mesure est de l'ordre de 0,5 %.

L'objectif du travail décrit dans ce mémoire est de mettre en place cette méthode de l'expansion continue et donc d'améliorer d'un facteur deux l'incertitude des manomètres étalonnés dans cette gamme de pressions soit :

$$U_{\text{Objectif HCG}} = 2,5 \cdot 10^{-2} \times P_r + 1,0 \cdot 10^{-7} \text{ Pa.} \quad (2.9)$$

Afin de permettre au lecteur de mieux appréhender la méthode de l'expansion continue, le chapitre suivant présente différentes méthodes primaires pour la mesure du vide.

Chapitre 3

Méthodes primaires pour la mesure du vide

En dessous de 10 Pa, les méthodes primaires pour déterminer les basses pressions absolues sont basées sur le principe suivant : la pression du gaz se mesure à une pression la plus élevée possible car les incertitudes sont plus faibles et sont ensuite déduite de manière calculée à la pression désirée. Les deux méthodes de référence sont l'expansion statique et l'expansion continue (également appelée expansion dynamique dans certains ouvrages).

Ce chapitre abordera les principes de base des différentes méthodes et énoncera ce qui est fait dans les différents laboratoires nationaux de métrologie. Enfin, une description de la méthode développée au LCM sera présentée.

3.1 L'expansion statique

La méthode de l'expansion statique, mise au point par Knudsen en 1910 [2], consiste à détendre une quantité de gaz contenue dans une enceinte dont la température T_{ini} , la pression p_{ini} et le volume V_{vol_0} sont connus vers un second volume V_{vol_1} , préalablement évacué à une pression résiduelle p_{res} . La loi des gaz parfaits peut être appliquée :

$$p.V = n \cdot k \cdot T, \tag{3.1}$$

3.1. L'EXPANSION STATIQUE

Si le nombre de moles n de gaz est fixe alors

$$\frac{p \cdot V}{T} = Cte, \quad (3.2)$$

où n est le nombre de moles du gaz constant contenu dans le volume, k la constante de Boltzmann et T est la température absolue du gaz.

Après la détente, la pression d'équilibre p_{eq} à la température finale T_{fin} , est donnée selon la formule suivante :

$$p_{eq} = \frac{p_{ini} \cdot V_{vol_0} + p_{res} \cdot V_{vol_1}}{V_{vol_0} + V_{vol_1}} \cdot \left(\frac{T_{fin}}{T_{ini}} \right). \quad (3.3)$$

Lorsque la pression résiduelle est négligeable et que la détente est isotherme, la pression d'équilibre peut être déterminée par la mesure de la pression initiale et des volumes V_{vol_0} et V_{vol_1} soit :

$$p_{eq} = p_{ini} \times \frac{V_{vol_0}}{V_{vol_0} + V_{vol_1}}, \quad (3.4)$$

où $V_{vol_0}/V_{vol_0}+V_{vol_1}$ est le rapport d'expansion.

Cette méthode est couramment utilisée par les laboratoires de métrologie pour la mesure de pression dans la gamme 100 Pa à 10 mPa. Dans le département Pression / Vide, elle fut mise en place en 2000 [11] pour le raccordement des manomètres capacitifs (CDG) et manomètres à bille tournante (SRG). Les résultats obtenus ont permis de valider cette méthode pour des pressions supérieures à 10 mPa. Les difficultés de cette méthode sont non seulement la maîtrise des gradients thermiques, la mesure des volumes mais aussi l'utilisation des manomètres SRG (besoin de déterminer régulièrement l'offset et temps d'intégration long, environ 100 secondes). Les pressions finales étant élevées supérieures à 10 mPa, il n'est pas possible de raccorder les manomètres à cathode chaude avec la méthode d'expansion statique. Ainsi, pour la mesure des pressions dans le domaine des pressions de 1 μ Pa à 1 mPa la méthode de l'expansion continue est plus adaptée.

3.2 L'expansion continue

Pour la méthode de l'expansion continue (*cf.* la figure 3.1), le gaz est en détente permanente d'un volume V_0 à la pression p_0 au travers deux conductances C_F et C vers une pompe à vide. Entre les deux conductances se trouve le volume V_1 à la pression p_1 . À partir de l'équation 1.16, on obtient l'équation 3.5 :

$$(p_0 - p_1) \cdot C_F = (p_1 - p_2) \cdot C = p_2 \cdot S_{vol2}, \quad (3.5)$$

où l'on appelle C_F la conductance associée au fluxmètre de la figure 3.1, C la conductance et S_{vol2} la vitesse de pompage dans le volume 2, associées au dispositif de mise en place de l'expansion continue.

Pour l'expansion continue quatre hypothèses doivent être satisfaites, des conditions isothermes, un régime moléculaire, des vitesses des molécules qui suivent la distribution de Maxwell et aucune fuite ou source de gaz.

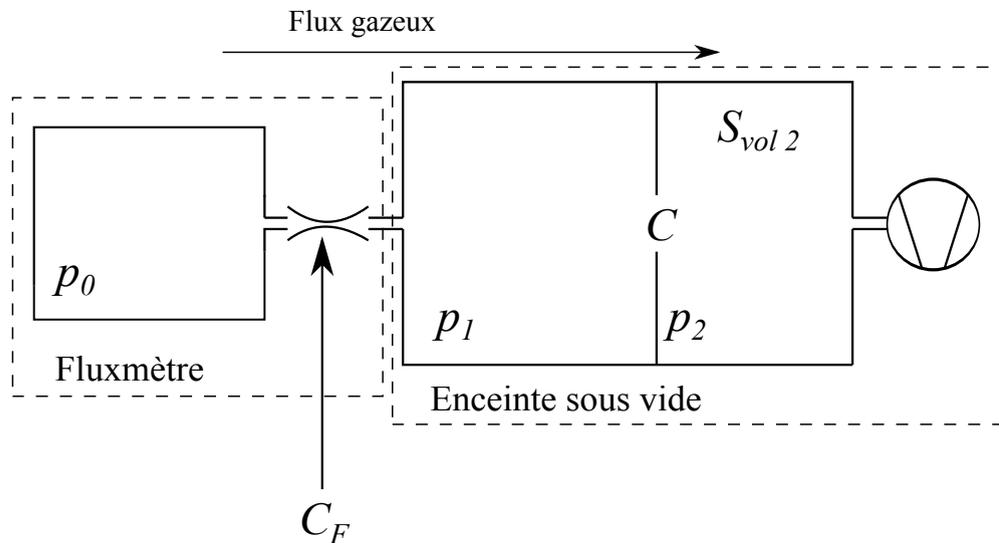


FIGURE 3.1 – Principe de l'expansion continue.

Le gaz initialement à la pression p_0 est continuellement détendu par deux conductances de tailles différentes puis évacué par la pompe à vide.

En considérant la chute de pression $(p_0 - p_1)$ dans la conductance C_F , la chute de

3.3. TECHNIQUE DU RAPPORT DE PRESSIONS

pression ($p_1 - p_2$) dans la conductance C , la pression p_1 plus petite que la pression p_0 et la pression p_2 plus petite que la pression p_1 , alors on peut en déduire :

$$p_0 \cdot C_F = p_1 \cdot C, \quad (3.6)$$

d'où

$$p_1 = p_0 \cdot \frac{C_F}{C}. \quad (3.7)$$

Le flux gazeux délivré par le fluxmètre représenté dans la figure 3.1, à une température donnée est :

$$Q = p_0 \cdot C_F. \quad (3.8)$$

On appelle Q le flux gazeux à pression-volume unitaire.

L'une des conditions principales pour la mise en place de cette méthode est que $C_F \lll C$ [2]. De plus, la plupart des laboratoires utilisent une conductance C fixe de forme géométrique simple et calculable analytiquement.

Le bon déroulement de cette méthode nécessite de prendre en considération quatre éléments et leurs spécificités : le fluxmètre gazeux, le volume d'étalonnage, la conductance C et le système de pompage. Ces éléments seront décrits dans les chapitres 4 et 5.

Dans le cas où l'on a pas de fluxmètre gazeux, une alternative peut être utilisée, la technique du rapport de pressions qui permet de définir une pression de référence par la seule utilisation de manomètres de référence.

3.3 Technique du rapport de pressions

Cette section a pour but de présenter cette technique qui fut une des approches de l'étude menée par F. Baron [6]. Le rapport de pressions entre deux volumes est propre à chaque installation. Il est fonction de la conductance et de la vitesse de pompage :

3.3. TECHNIQUE DU RAPPORT DE PRESSIONS

$$\frac{p_A}{p_B} = \frac{S_{vol B}}{C_R} + 1, \quad (3.9)$$

où $S_{vol B}$ est la vitesse de pompage dans le volume B et C_R la conductance entre les deux volumes. Le principe de base est illustré par la figure 3.2 [12].

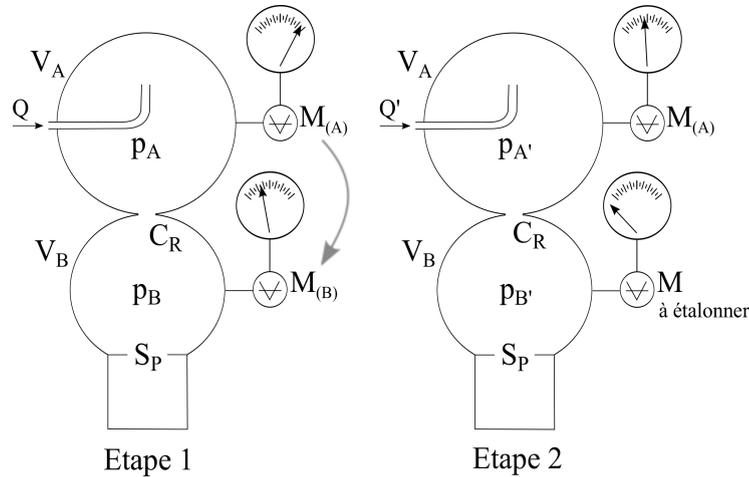


FIGURE 3.2 – Principe de base de la technique du rapport de pressions

Les volumes de mesures sont le volume V_A et le volume V_B . Les pressions respectives sont p_A et p_B . Et la condition $p_A < p_B$ est respectée. La conductance de l'installation est C_R . Le ou les manomètres à étalonnés se nomme indice A pour le volume V_A et indice B pour le volume V_B . Le flux gazeux de l'étape 1 est Q . L'étape 2 consiste à introduire un flux gazeux Q' .

Pour ce faire, on doit disposer d'un volume V_A pour les hautes pressions et d'un volume V_B pour les basses pressions. Ces volumes sont connectés par un élément de conductance C_R . Dans un premier temps, un flux gazeux est introduit dans le volume V_A et le volume V_B est évacué par un système de pompage à la vitesse S_P . Le flux gazeux à l'intérieur de la conductance doit être en régime moléculaire et les molécules doivent se trouver dans un état d'équilibre. Comme à la section 3.2 précédente les grandeurs S_P et C_R sont telles que : $C_R \lll S_P$ et la pression p_A du volume V_A est plus importante que la pression p_B du volume V_B soit $p_A < p_B$. Le rapport de pressions r peut être mesuré à l'aide de deux manomètres M_A et M_B aux points A et B :

$$r = \frac{p_A}{p_B}. \quad (3.10)$$

Dans un second temps, le manomètre à étalonner $M_{\text{à étalonner}}$ est connecté à la place de M_B . Un flux gazeux $Q' < Q$ est généré dans le dispositif de telle sorte que la pression $p_{A'} < p_A$ et $p_{B'} < p_B$. La pression mesurée par le manomètre au point B est déterminée par la relation suivante :

$$p_{B'} = r \cdot p_A = \frac{p_A}{p_B} \cdot p_A. \quad (3.11)$$

Cette méthode doit être utilisée avec des manomètres qui ne dérivent pas lors du transfert du volume V_A au volume V_B . Sinon, le rapport de pressions dépend de la dérive de ces étalons de transfert. Pour limiter la dispersion due à la dérive, un seul et même manomètre peut être utilisé entre les volumes. Malheureusement, cette méthode fait abstraction de paramètres liés au dispositif d'étalonnage telles que la conductance entre les deux volumes et la vitesse de pompage. Le manque de connaissance de ses paramètres engendre des incertitudes élevées, c'est à dire de l'ordre de 5 %. De plus, cette méthode ne permet pas d'étalonner des manomètres de pressions absolues inférieures à 1 μPa .

3.4 Méthodes et capacités de laboratoires nationaux

Aujourd'hui très peu de laboratoires nationaux sont capables de couvrir des gammes de l'ultra-vide et de l'extrême ultra-vide. Entre 1999 et 2002, le CIPM-MRA [13] a encadré une comparaison CCM.P-K3 [14] réalisée entre le KRISS (Corée du Sud), le NIST (USA), NPL-I (Inde), NPL (UK) (Royaume-uni) et la PTB (Allemagne) qui concernait l'ultra-vide avec la plus petite pression mesurée de 3 μPa (sauf pour le NPL (UK) qui est descendu jusqu'à 0,5 μPa).

Si le NPL (UK) a utilisé la méthode de l'expansion statique, le NIST et la PTB ont employé en revanche la méthode de l'expansion continue. Pour mieux situer

les différents laboratoires nationaux de métrologie, une brève description de leur méthode d'étalonnage primaire, de leur gamme de mesures et de leur incertitude associée ($k = 2$) est présentée ci-dessous [15].

Le laboratoire national allemand, la PTB, couvre une gamme de pressions de 1 nPa à 100 nPa avec des incertitudes relatives respectives de 10 % à 3 % et une gamme de pressions de 0,1 μ Pa à 1 mPa avec des incertitudes relatives de 3 % à 1 %. La méthode primaire utilisée ici est celle de l'expansion continue associée à la technique du rapport de pressions.

Le laboratoire national américain, le NIST, couvre une gamme de 0,1 μ Pa à 3 μ Pa avec des incertitudes relatives respectives de 1,6 % à 1,1 % et une gamme de pressions de 3 μ Pa à 90 μ Pa avec des incertitudes relatives de 1,1 % à 0,4 %. La méthode utilisée est basée sur la méthode de l'expansion continue[16].

Quant au laboratoire national coréen, le KRISS, la gamme de mesures est de 0,5 μ Pa à 1 mPa avec une incertitude relative de 6 % à 1 %. La méthode utilisée consiste à associer la méthode de l'expansion dynamique et une technique pour diviser le flux [17].

3.5 L'expansion continue au LCM

Notre laboratoire a la charge de définir la chaîne d'étalonnage dans le domaine de la métrologie des pressions, et de disséminer les mesures vers les besoins industriels. Puisqu'il n'existe pas d'étalon de référence dans le domaine de l'ultra-vide, une méthode d'extrapolation doit être mise au point pour qualifier des manomètres de référence. La solution que nous avons retenue consiste à générer un rapport de pression entre deux volumes séparés par une conductance et parcouru par un flux gazeux indépendant de la valeur de l'une ou l'autre pression. Ainsi, il sera possible de comparer la pression indiquée par un manomètre à ionisation (HCG), situé dans le volume inférieur, à celle d'un manomètre à bille tournante (SRG) situé dans le volume supérieur. Cette méthode, dite d'expansion continue, repose sur la loi de la conservation du flux gazeux : dans un système à l'équilibre thermodynamique,

le nombre de molécules qui entrent par unité de temps, dans l'enceinte est égal au nombre de molécules qui en sortent.

Le laboratoire ne dispose pas d'une enceinte strictement dédiée à la mise place de l'expansion continue. Les exigences du LNE ont été de développer une enceinte à vide permettant d'étalonner des manomètres par comparaison et par expansion continue. Le choix d'une vanne à tiroir à été fait pour séparer les volumes de mesure, il s'agit donc d'une vanne de "conductance variable" notée V_{C_v} . L'inconvénient principal est d'employer une telle conductance qui n'est pas calculable analytiquement à partir de sa géométrie. Elle doit être donc déterminée expérimentalement.

Afin d'illustrer ces notions, considérons la figure 3.3 qui est une représentation schématique de l'enceinte d'étalonnage XHV-RIBER utilisée dans le cadre de ce mémoire. Elle est composée d'un groupe de pompage, d'un système de mesure de flux gazeux, et de deux volumes séparés par la vanne de conductance V_{C_v} .

3.5.1 L'étude préalable

L'étude menée par F. Baron [6] en 2002 était basée sur une méthode expérimentale via la technique du rapport de pressions. Elle a montré que les capteurs dont dispose toujours le laboratoire permet d'étalonner des manomètres (HCG) avec une incertitude relative élargie ($k = 2$) de l'ordre de 7,5 % pour un rapport de pression de l'ordre de 40. Au cours de cette étude, une autre approche a été réalisée pour calculer le rapport de pressions. Cette démarche consiste à prendre en compte la notion de pompage à l'intérieur du volume 2 et de la conductance de l'installation C_v . Suivant la définition de la conductance dans la section 3.2 et selon les annotations de la figure 3.2 la conductance C_v est définie par :

$$C_v = \frac{Q}{p_1 - p_2}. \quad (3.12)$$

Or, il a été vu à la figure 1.4 que la pression est liée à la vitesse de pompage d'un élément de canalisation et au flux gazeux identique dans tous les éléments de la canalisation. Donc, suivant l'équation 1.32, la relation du rapport de pression s'écrit :

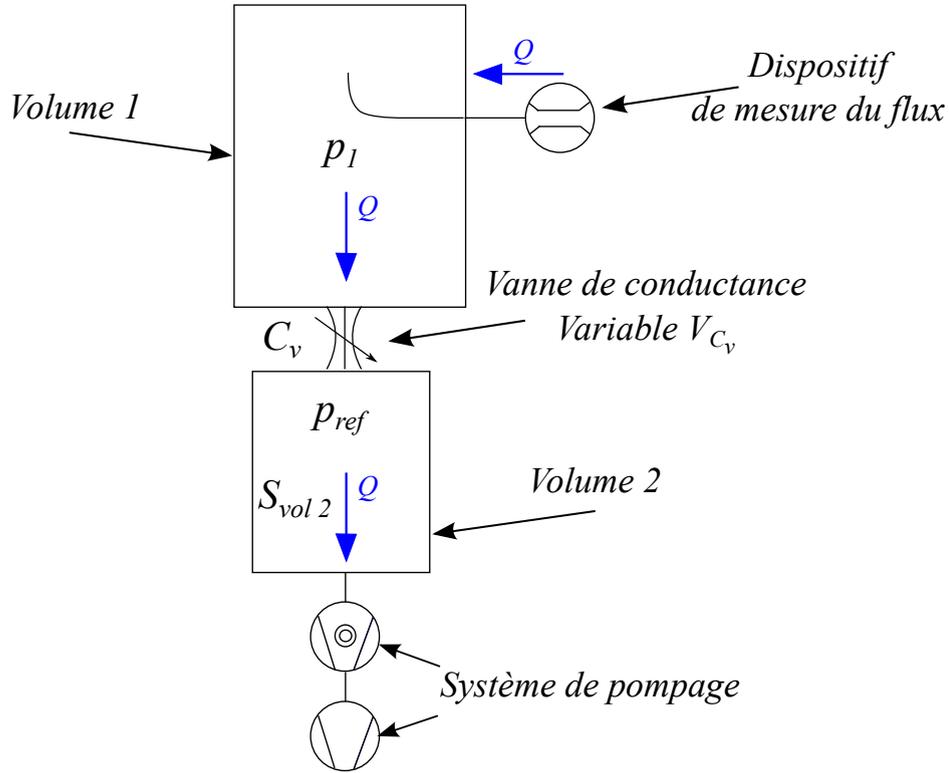


FIGURE 3.3 – Principe de la méthode de mesure de pression par expansion continue

Le flux gazeux est noté Q . La pression dans le volume 1 est notée p_1 . Le volume 2 est aussi appelé volume de référence. La pression exercée à l'intérieur est la pression p_{ref} . La conductance C_v est l'orifice qui sépare les deux volumes. La vitesse de pompage au sein du volume 2 est notée S_{vol2} .

$$\frac{p_1}{p_2} = \frac{S_{vol2}}{C_v} + 1, \quad (3.13)$$

où S_{Vol2} est la vitesse de pompage au niveau du volume 2.

Cette deuxième approche a été limitée par la mesure du flux gazeux et par la méthode réalisée.

La méthode consiste à générer un flux gazeux, à positionner la vanne de "conductance variable" V_{Cv} , puis à mesurer à l'aide des manomètres HCG et des manomètres SRG. Ensuite, pour un même flux gazeux, une autre position de la vanne est testée. L'opération est répétée à différentes positions de la vanne pour un flux gazeux donné.

Le laboratoire disposait de deux régulateurs de flux. Le MFC-3.0 couvrant une gamme de mesures de flux de 1.10^{-4} Pa.m³.s⁻¹ à $5,4.10^{-3}$ Pa.m³.s⁻¹ avec une incertitude relative élargie ($k = 2$) de l'ordre de 2,0 % et le MFC-0.2 couvrant une gamme de mesure $1,5.10^{-5}$ Pa.m³.s⁻¹ à 4.10^{-4} Pa.m³.s⁻¹ avec une incertitude relative élargie ($k = 2$) de l'ordre de 9,0 % pour les faibles débits et de l'ordre de 0,5 % à 4.10^{-4} Pa.m³.s⁻¹.

La mesure de S_{Vol2} fut établie en divisant le flux incident des régulateurs par la mesure de pressions des manomètres de référence étalons, dans le volume 2, réalisée par F. Baron. Les résultats ont montré que la vitesse de pompage était de $0,532$ m³.s⁻¹ avec une incertitude relative élargie ($k = 2$) de l'ordre de 4,0 %, pour un rapport de pression $p_1/p_2 = 40$.

Quant à la mesure de C_v , elle fut aussi réalisée à l'aide des manomètres étalons et des régulateurs de flux énoncés ci-dessus. Les résultats ont montré que la détermination de C_v était de $0,132$ m³.s⁻¹ pour un rapport de pression de 40 avec une incertitude relative élargie ($k = 2$) de l'ordre de 2,7 %. La méthode utilisée est en grande partie responsable de l'incertitude. De plus, une tendance fut remarquée : plus la vanne de "conductance variable" est fermée, plus on constate une diminution de l'incertitude relative, notamment due à la reproductibilité des mesures. Cette hypothèse sera développée ailleurs dans ce mémoire (*cf.* section 6.4).

Après cette étude, et au vu des résultats, il a été conclu que le flux gazeux émis par les régulateurs est trop élevé et l'incertitude est trop grande. Par ailleurs tous les laboratoires nationaux (ou la majorité) utilisent un fluxmètre à pression constante. Le laboratoire décida de réaliser un fluxmètre gazeux à pression constante pour améliorer ses incertitudes afin de développer une méthode similaire. Cette méthode expérimentale est établie dans la section suivante.

3.5.2 L'étude actuelle

Aujourd'hui la méthode développée par le laboratoire se base toujours sur une méthode expérimentale. Elle consiste à redéfinir expérimentalement la vitesse de

3.5. L'EXPANSION CONTINUE AU LCM

pompage S_{vol2} , à travers la mesure indirecte de la conductance C_v de la canalisation et du rapport de pression p_1/p_2 . Il a été vu à la section 1.4 que pour un équilibre de pressions dynamique et pour un élément de canalisation i à la pression P_i :

$$Q = S_i \cdot P_i. \quad (3.14)$$

En appliquant cette équation au volume 2, on obtient :

$$p_{ref} = \frac{Q}{S_{vol2}}, \quad (3.15)$$

où S_{vol2} est la vitesse de pompage dans le volume 2.

À partir des équations 3.16 et 3.17 on trouve :

$$Q = C_v \cdot (p_1 - p_2), \quad (3.16)$$

et

$$p_2 = \frac{Q}{S_{vol2}}, \quad (3.17)$$

La vitesse de pompage est définie par :

$$S_{vol2} \cdot p_2 = C_v \cdot (p_1 - p_2), \quad (3.18)$$

$$S_{vol2} = C_v \cdot (R_p - 1), \quad (3.19)$$

avec $R_p = p_1/p_2$.

La particularité principale de notre approche est d'employer une conductance ajustable. Une opération consiste à placer un positionnement de la vanne de conductance pour respecter l'objectif de mesurer des pressions de références de 1 μ Pa et 1 mPa tout en vérifiant les conditions expérimentales (*cf.* 6) de faisabilité de sa méthode.

Une fois la vanne de "conductance variable" positionnée, le rapport de pressions est propre à l'installation. Ce rapport est déterminé à l'aide de manomètres à bille

3.5. L'EXPANSION CONTINUE AU LCM

tournante (SRG) pour des pressions relativement élevées de 1.10^{-2} Pa à 0,1 Pa dans le volume 1 et de 1.10^{-4} Pa à 1.10^{-3} Pa dans le volume de référence. Il faut faire attention à bien différencier la pression p_2 mesurée par un manomètre à bille tournante et la pression p_{ref} définie par l'équation 3.15.

Depuis 2011, le laboratoire dispose d'un fluxmètre à pression constante développée par F. Boineau [3] capable de générer des flux de 1.10^{-8} Pa.m³.s⁻¹ à 1.10^{-3} Pa.m³.s⁻¹ avec une incertitude relative élargie ($k = 2$) de l'ordre de 1,0 %.. Le but de ce mémoire est d'utiliser ce fluxmètre en définissant l'incertitude associée à Q puis de déterminer C_v suivant l'équation :

$$C_v = \frac{Q}{(p_1 - p_2)}. \quad (3.20)$$

Ainsi, la pression de référence est obtenue par la mesure de Q , la mesure de C_v et la mesure de rapport de pression $R_p = p_1/p_2$ dans les domaines de pression décrits au 6 :

$$p_{ref} = \frac{Q}{C_v \cdot (R_p - 1)}. \quad (3.21)$$

Les paramètres C_v et R_p sont matériellement issus de l'enceinte de mesures XHV-RIBER (via la position de la vanne de conductance). Les chapitres suivants présentent les deux moyens d'étalonnage pour la mise en place de l'expansion : l'enceinte XHV-RIBER et le fluxmètre gazeux à pression constante.

Chapitre 4

L'enceinte d'étalonnage XHV-RIBER

L'enceinte d'étalonnage et d'étude, dénommée XHV-RIBER, a été réalisée en 1998 par la société française RIBER (dispositif financé par le BNM-LNE).

Les mesures présentées dans ce mémoire ont toutes été effectuées avec ce moyen. Son fonctionnement est présenté dans ce chapitre, illustré par les figures 4.1 et 4.2. A l'équilibre de pressions dynamique, les molécules sont injectées dans le bâti à travers la vanne de micro-fuite V_{MF} et le flux gazeux est mesuré par le fluxmètre présenté dans le chapitre suivant. Il s'agit de l'application pratique du schéma de principe représenté par la figure 3.3. Les molécules sont évacuées par l'intermédiaire d'une pompe turbo-moléculaire. La vanne de "conductance variable" V_{C_v} placée entre deux volumes permet de générer les rapports de pressions nécessaires à la méthode de l'expansion continue.

4.1 Description générale

Le volume supérieur d'environ 60 l, noté Vol-1, est muni de six connexions placées dans le même plan horizontal. Des études ont démontré d'une part, la validité de l'hypothèse du plan de la zone d'équipression au niveau des raccords situés dans le même plan horizontal et, d'autre part, la continuité des résultats obtenus lors du basculement entre l'équilibre de pression dynamique et statique [18]. Des étalonnages par comparaison directe y sont réalisés entre 1 μ Pa et 10 Pa avec des équilibres de pressions statiques pour des pressions supérieures à 0,1 Pa. Le second volume, Vol-2,

4.1. DESCRIPTION GÉNÉRALE

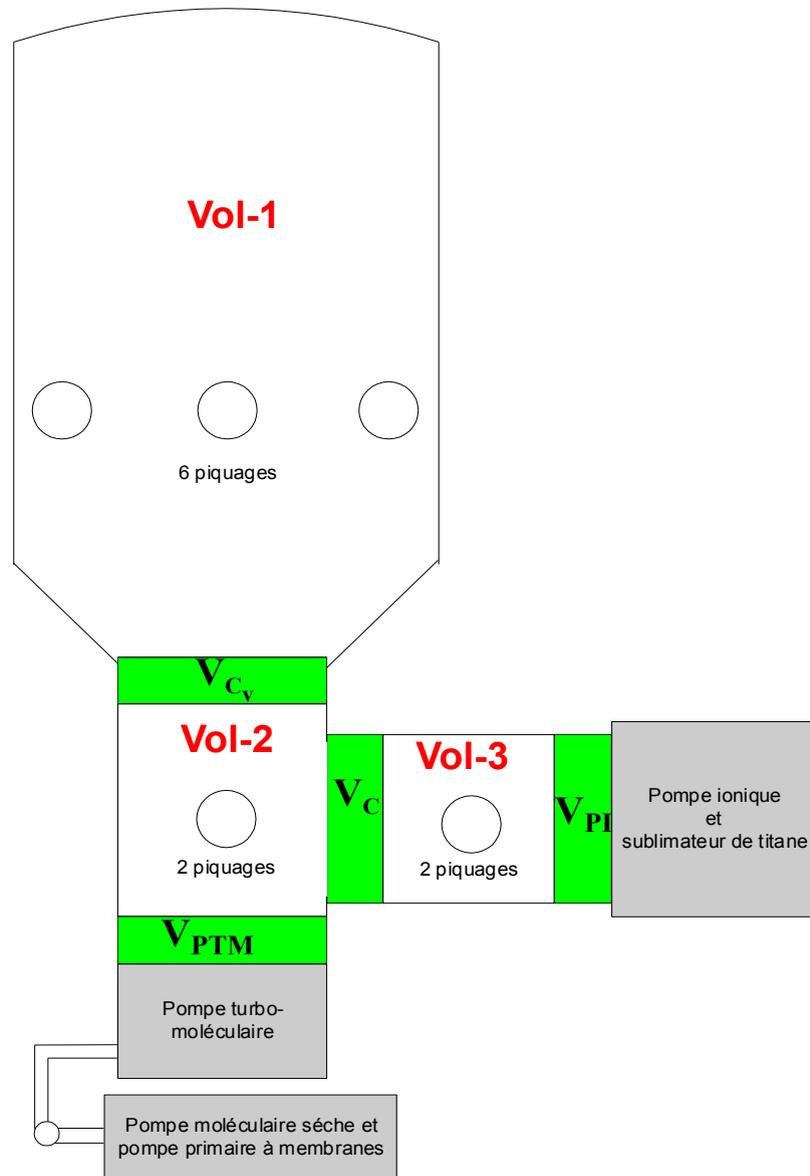


FIGURE 4.1 – Schéma de l'enceinte XHV-RIBER

Le volume, Vol-1 est destiné aux mesures en ultra vide par expansion statique ou par comparaison directe. Le volume, Vol-2 est destiné à l'extrapolation vers l'ultravide par la méthode d'expansion continue. Le volume, Vol-3 est destiné à l'extrapolation vers l'extrême ultravide par la méthode de double expansion continue. La vanne V_{C_v} est variable et permet d'isoler les volumes Vol-1 et Vol-2. Les vannes V_{PI} et V_{PTM} sont des vannes tout ou rien qui permettent d'isoler les pompes de leur volume respectif. La vanne V_C est une vanne perforée, soit une conductance fixe. Tous les piquages sont à brides tournantes DN 40 CF.

4.1. DESCRIPTION GÉNÉRALE

situé sous Vol-1 est dédié aux mesures dans le domaine de l’ultravide. Ce volume a la forme d’un “T” de 200 mm de diamètre muni de deux connexions. Le côté haut du “T” est relié au Vol-1, le côté bas du “T” est relié au groupe de pompage turbo-moléculaire et la troisième partie du “T” est reliée au volume 3, notée Vol-3. Ce troisième volume est un manchon de 150 mm de diamètre connecté à une pompe ionique.

La vanne à tiroir de “conductance variable” V_{C_v} mesure 200 mm de diamètre et est située entre Vol-1 et Vol-2. Lorsque la vanne V_{C_v} est fermée, il est possible d’effectuer dans Vol-1 des mesures statiques par comparaison directe ou bien d’utiliser la méthode de l’expansion statique. Elle permet également de créer une conductance entre Vol-1 et Vol-2, dont la valeur dépend de sa fermeture. La qualification de cette vanne à conductance variable est primordiale pour effectuer des mesures par expansion continue. La vanne V_C est une vanne à tiroir percée située entre Vol-2 et Vol-3. A terme, ce diaphragme doit permettre d’effectuer une double expansion continue. Les vannes V_{PTM} et V_{P_i} permettent d’isoler respectivement le groupe de pompage turbo-moléculaire et la pompe ionique.

Le dégazage des parois internes de l’enceinte rend extrêmement difficile l’obtention de la pression limite de l’ordre de 1.10^{-8} Pa. Pour y parvenir, des traitements spéciaux ont été réalisés dès la conception de l’installation. Tout d’abord, l’acier inoxydable inox 304L, qui constitue le bâti, a subi un décapage ultrasonique, suivi d’un polissage électrolytique. De manière à éliminer les gaz adsorbés, le bâti a été étuvé, sans les vannes, à $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ durant quarante huit heures.

Au laboratoire, une attention particulière sur la propreté des équipements et le souci d’éviter toute remise à la pression atmosphérique inutile complètent un système d’étuvage limité à $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ pour ne pas endommager les vannes à tiroir. Après quelques jours d’étuvage, et au moins deux semaines de pompage ionique et turbo-moléculaire, on obtient une pression limite de l’ordre de 1.10^{-7} Pa. En tout il faut environ un mois pour obtenir une pression limite de l’ordre de 1.10^{-8} Pa après une remise du bâti à la pression atmosphérique [6].

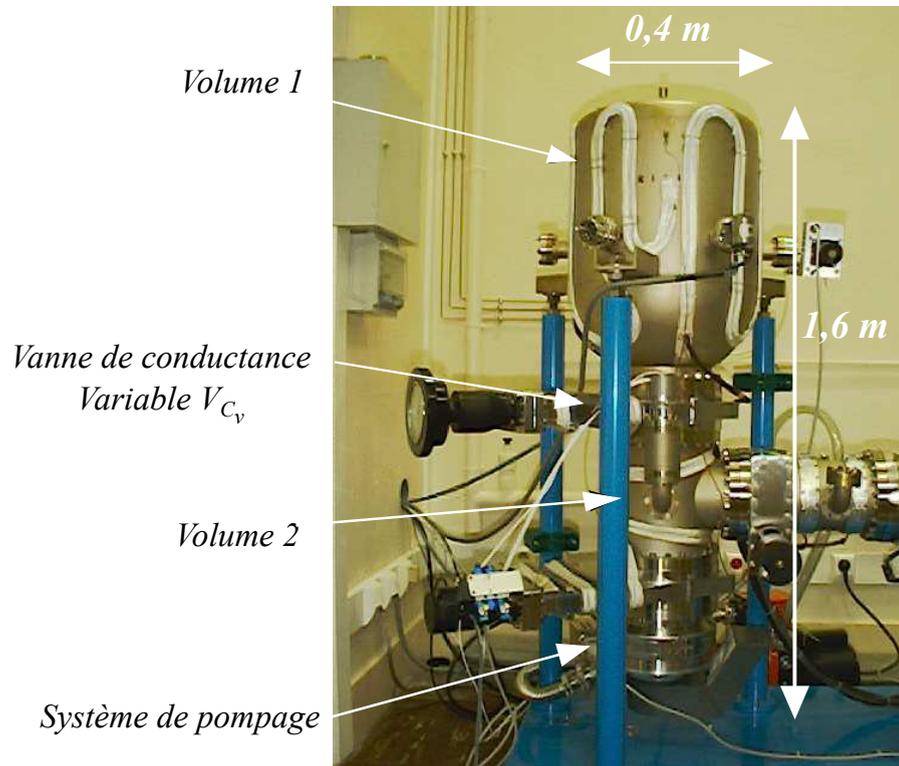


FIGURE 4.2 – Représentation photographique de l’enceinte d’étalonnage

4.2 La vanne de “conductance variable”

Lors de la conception de l’enceinte XHV-RIBER, la problématique principale fut de séparer le Vol-1 et le Vol-2 par une vanne assurant l’utilisation du bâti en expansion statique et en expansion dynamique. Une vanne à tiroir de “conductance variable” V_{C_v} a été choisie pour répondre à ce cahier des charges. Cette vanne est réglable grâce à une molette sur laquelle est placé un vernier où il est possible de lire la position de deux aiguilles. Une aiguille noire indique le nombre de tours effectués par la molette et une aiguille rouge la fraction de tour à la position entre deux tours (*cf.* figure 4.3). La résolution du vernier est de 0,01 tour, or si un opérateur choisit la surface de l’aiguille comme résolution, elle est améliorée à 0,002 tour. Les études réalisées par F. Baron [6] ont montré la nécessité d’avoir un codeur angulaire à détection optique (celui choisi par le laboratoire est de marque Ivo GXM2H) permettant une meilleure résolution (8192 pas par tour sur 4096 tours soit une résolution de 10^{-4} tour) et donc une meilleure reproductibilité du placement de la vanne. A la

4.2. LA VANNE DE "CONDUCTANCE VARIABLE"

section sera présentée 6.4, une étude effectuée pour définir la reproductibilité de la position de la vanne de "conductance variable" via les codeurs.

Malheureusement, aucune photographie de la position de la vanne de "conductance variable" n'a été prise avant l'assemblage des deux volumes. En revanche, le constructeur a fourni deux photographies du même type de vanne à tiroir (Référence : RIBER modèle VME CFØ200). La figure 4.3 représente cette vanne sur deux positions différentes, 3 tours et 4 tours ainsi que la lecture indiquée par le vernier.

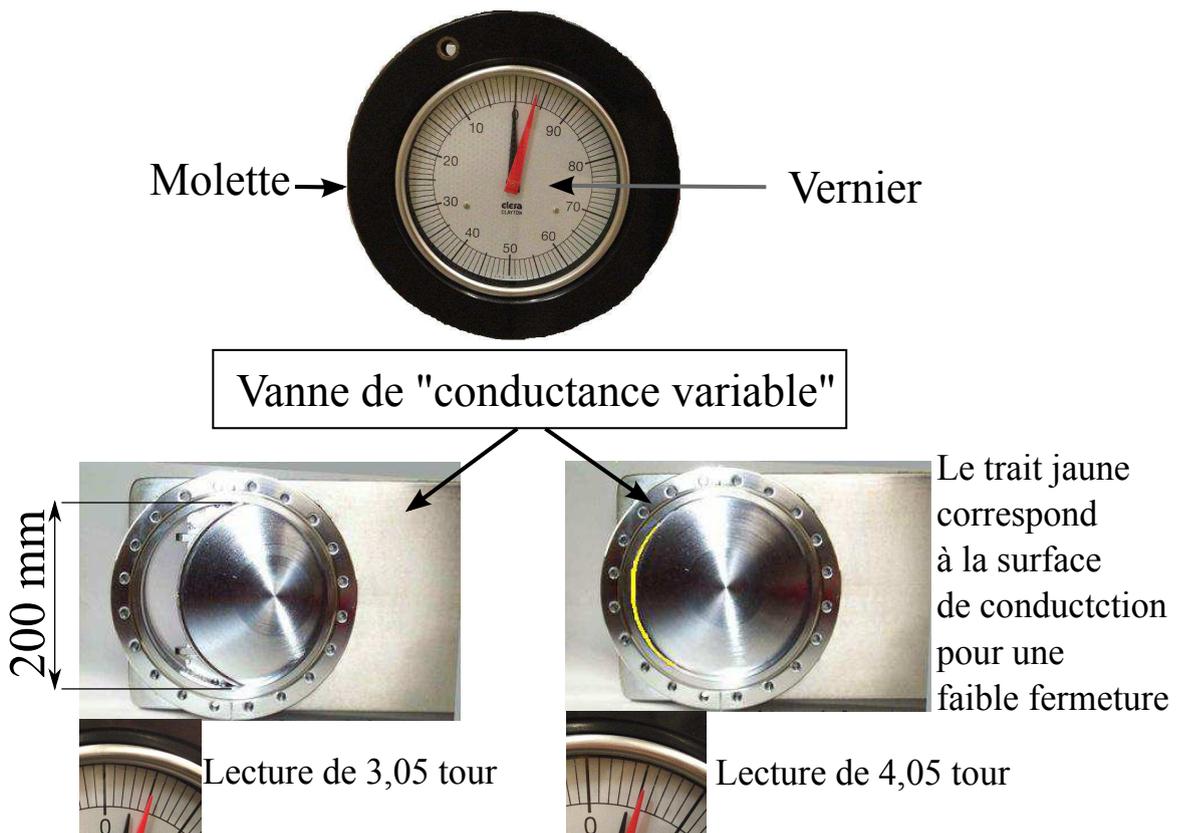


FIGURE 4.3 – Représentation photographique de la vanne V_{C_v} et de son système de lecture

La photographie montre que la mesure dimensionnelle de la surface de conduction de la conductance n'est pas réalisable compte tenu de sa géométrie.

4.3 Le système de pompage

Le système de pompage est dissocié en deux sous-ensembles. Sur le Vol-2, le laboratoire possède une pompe turbo-moléculaire Alcatel ATP 900 et une pompe moléculaire sèche associées à une pompe primaire à membrane Adixen Drytel 1025. Sur le Vol-3 le laboratoire dispose d'une pompe ionique de Hall (Riber PEG 20003) qui, malheureusement, n'est pas fonctionnelle et ne sera donc pas utilisée dans cette étude.

La pompe qui nécessite le plus d'attention est la pompe turbo-moléculaire Alcatel ATP 900. C'est elle qui réalise le pompage nécessaire et permanent du volume 2. Sa vitesse de pompage de l'ordre de $900 \text{ L}\cdot\text{s}^{-1}$ soit $0,9 \text{ m}^3\cdot\text{s}^{-1}$ pour des pressions inférieures à $4,0\cdot 10^{-2} \text{ Pa}$ et pour de l'azote. De manière générale une pompe turbo-moléculaire est constituée d'une turbine moléculaire qui comprime le gaz, donc les molécules, par transfert d'énergie cinétique entre les pales d'un rotor tournant à grande vitesse ($900 \text{ tour}\cdot\text{s}^{-1}$). Le rotor modifie la trajectoire de la molécule pour la faire rebondir sur une ailette du stator dont l'orientation des ailettes est opposée à celle du rotor ; c'est la différence de vitesse qui permet d'évacuer les molécules. La figure 4.4 permet de mieux comprendre le fonctionnement :

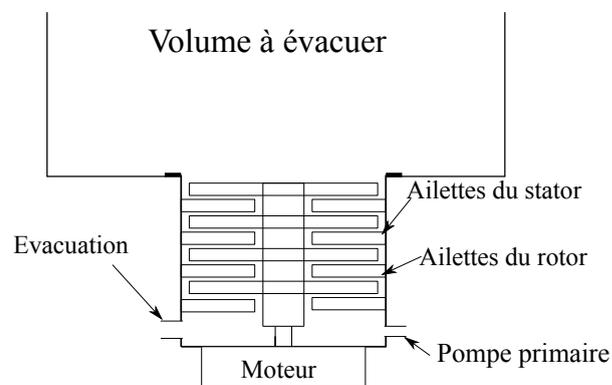


FIGURE 4.4 – Principe de fonctionnement.

Puisque la pompe ATP 900 fonctionne pour une pression d'évacuation inférieure à $0,1 \text{ Pa}$; il est nécessaire de l'associer à une pompe à vide primaire, dont la pression

4.3. LE SYSTÈME DE POMPAGE

limite est inférieure de l'ordre de 1.10^{-1} Pa. Les pompes à palettes à bain d'huile sont robustes et leur pression limite est de l'ordre de 0,1 Pa. Elles permettent de pré-vider une installation rapidement mais la présence d'huile risque de polluer l'installation. Après quelques recherches et essais [6], nous avons décidé d'utiliser plutôt une pompe à membrane associée à une pompe moléculaire (Adixen D1025). Cette solution permet d'améliorer les performances de la pompe Alcatel ATP 900, puisque la pression à son refoulement est de l'ordre de $1,0.10^{-3}$ Pa, soit deux ordres de grandeurs inférieur à celle de la pompe à palettes et tout en conservant un pompage sec. La pression limite obtenue du groupe de pompage ainsi constitué est inférieure à 1.10^{-7} Pa au bout de quelques semaines de pompage, avec étuvage.

En régime moléculaire, la pression limite dépend essentiellement des caractéristiques de l'installation et du diamètre de la pompe. En effet, la vitesse de pompage est dépendante de la pression, d'où la nécessité de l'associer à une pompe d'évacuation (Adixen D1025); les mesures effectuées ne seront donc valables que pour cette configuration.

Chapitre 5

Le fluxmètre gazeux à pression constante

Le fluxmètre gazeux à pression constante a été conçu en 2010 par le laboratoire pour la mise en œuvre de l'expansion continue. Le flux gazeux mesuré par ce dispositif peut être rentrant ou sortant. L'utilisation du fluxmètre a été étendue aux mesures de débit de fuite s'écoulant vers la pression atmosphérique. Le développement et les améliorations apportées pour cette autre utilisation ont permis de réaliser les calculs d'incertitude de flux gazeux [3][19] (*cf.* section 6.3). Dans ce chapitre et à l'aide du schéma fonctionnel du fluxmètre à pression constante (*cf.* figure 5.2) nous présenterons la génération de flux gazeux (I), le pilotage (II), la mesure de la pression de référence (III) et la génération de pression (IV) au sein du fluxmètre dans le cadre de l'expansion continue. Au préalable, quelques notions sur le principe de fonctionnement du fluxmètre sont exposées via la figure 5.1.

Le fluxmètre gazeux à pression constante est constitué d'un volume de mesure (Vol-M) duquel s'échappe un flux gazeux Q . Ainsi, le fluxmètre nécessite de posséder une génération de flux gazeux activée par la vanne V_{MF} (I). Le gaz qui s'échappe fait varier la pression p_0 . L'écoulement de ce gaz est dirigé vers l'extérieur du volume de mesure. Pour maintenir la pression p_0 constante, un dispositif de variation du volume de mesure dV constant en fonction du temps est nécessaire. Ce sont les pistons 1 et 2 qui permettent une variation de ce volume. (Notons que sur la figure 5.1 un seul piston est représenté). A condition que la température T soit constante, le flux

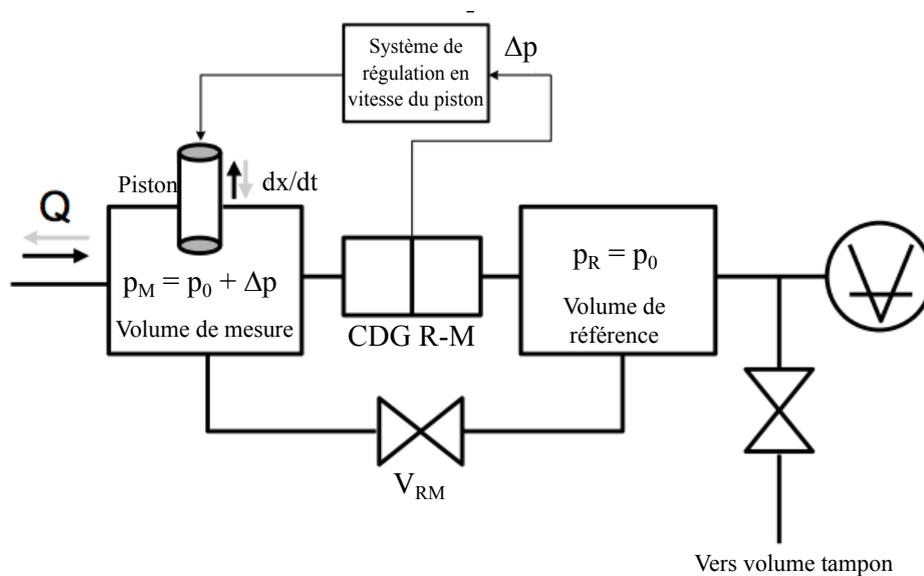


FIGURE 5.1 – Principe de fonctionnement du fluxmètre gazeux à pression constante et volume variable (avec l'aimable autorisation de F. Boineau)

gazeux $Q(T)$ est donné par l'expression :

$$Q(T) = \frac{d(p \cdot V)}{dt}, \quad (5.1)$$

soit à la pression constante p_0 :

$$Q(T) = p_0 \cdot \frac{dV}{dt}. \quad (5.2)$$

Le flux gazeux mesuré est le produit de la pression de travail p_0 par la variation temporelle du volume de mesure engendrée par le déplacement du piston.

L'objectif est de maintenir la pression p_0 constante en compensant par une diminution du volume de mesure. C'est le déplacement du piston qui permet de maintenir la différence de pression, notée Δp , égale à 0. Quand la vanne V_{RM} est ouverte, le volume de mesure et le volume de référence sont à la même pression $p_0 = p_R$. À la fermeture de la vanne V_{RM} , la pression dans le volume de mesure diminue car un flux gazeux est généré. Cette diminution est mesurée par le signal Δp du manomètre CDG R-M. Le système de régulation pilote le piston à une vitesse v_0 compensant exactement le flux gazeux et maintenant ainsi la pression p_0 constante dans le vo-

5.1. GÉNÉRATION DE FLUX GAZEUX (I)

lume de mesure ($\Delta p = 0$). Le flux gazeux est calculé à partir de l'équation 2.4 en fonction de la pression p_0 , la section S et la vitesse de pilotage v_0 du piston utilisé :

$$Q = p_0 \cdot S \cdot v_0. \quad (5.3)$$

Le schéma de la figure 5.2 représente en détail une vue fonctionnelle du fluxmètre.

5.1 Génération de flux gazeux (I)

Une méthode simple pour générer un flux est de connecter deux volumes à des pressions différentes et séparés par une conductance. Dans le cas où les pressions p_0 et p_1 sont maintenues constantes, un flux gazeux Q constant apparaît entre les deux volumes égal à (*cf.* équation 1.16) :

$$Q = C_{MF} \cdot (p_0 - p_1). \quad (5.4)$$

Ainsi en agissant sur la variation de pression ($p_0 - p_1$) ou sur la valeur de la conductance C_{MF} , on peut faire varier le flux gazeux. Dans le cadre de la mesure par expansion continue, la pression p_0 est celle qui règne dans le volume de mesure (Vol-M) et p_1 la pression au sein du volume 1 de l'enceinte XHV-RIBER.

Les études précédentes menées par le laboratoire [6] ont permis de déterminer la gamme de flux nécessaire pour l'établissement de la méthode. En effet, la vitesse de pompage estimée au niveau du volume 2 (*cf.* figure 3.3) est de l'ordre de $0,6 \text{ m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$. En reprenant l'équation 3.14 et en définissant le domaine de pression souhaité entre $1,0 \cdot 10^{-7} \text{ Pa}$ et $1,0 \cdot 10^{-2} \text{ Pa}$ dans Vol-2, on peut estimer les flux gazeux qui correspondent à ce domaine de pressions soit :

$$6 \cdot 10^{-8} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1} < Q < 6 \cdot 10^{-3} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1} \quad (5.5)$$

Lors de la conception, le fluxmètre a été réalisé afin de couvrir une gamme de mesures de $1 \cdot 10^{-8} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ à $1 \cdot 10^{-3} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$. Pour modifier la valeur du flux

5.1. GÉNÉRATION DE FLUX GAZEUX (I)

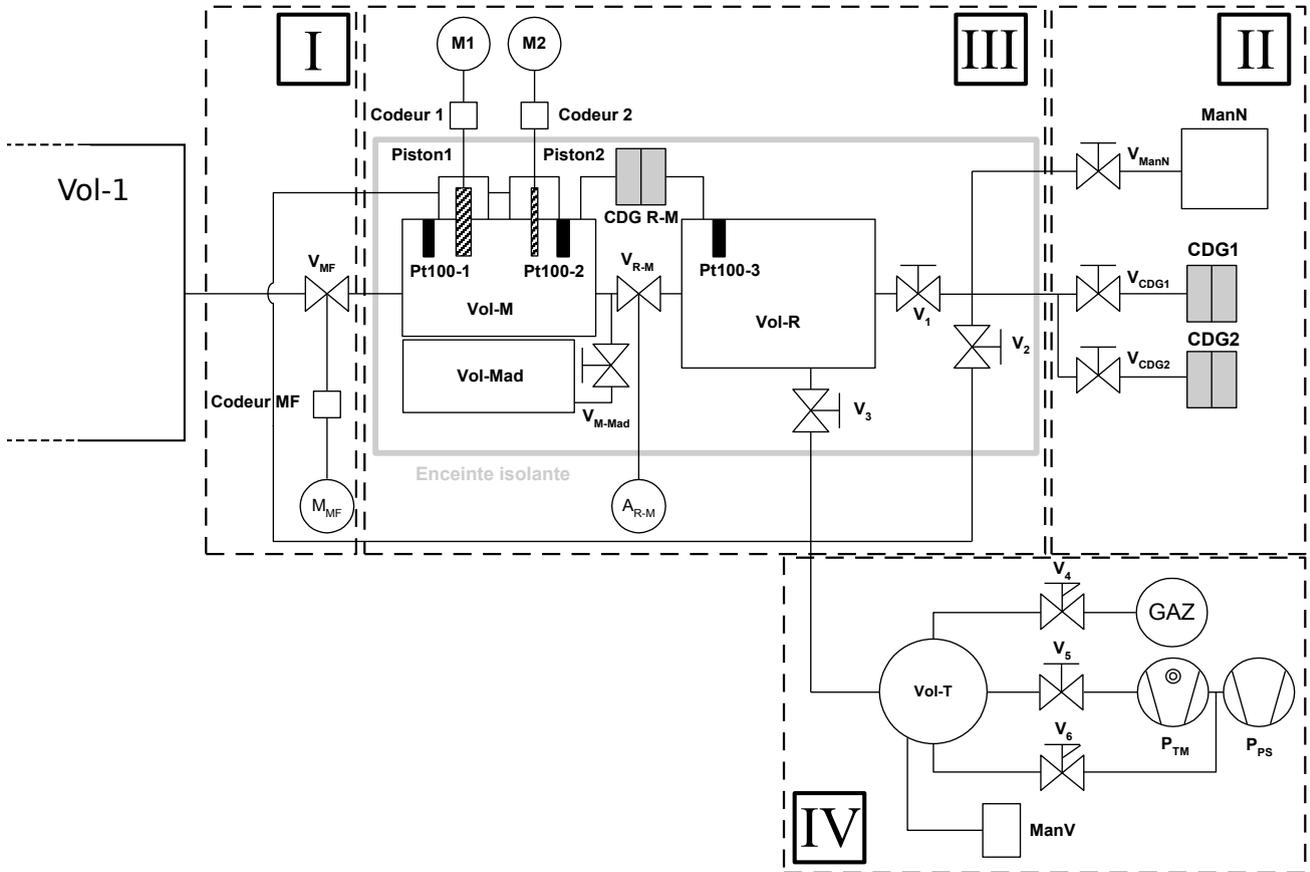


FIGURE 5.2 – Vue fonctionnelle du banc fluxmètre gazeux (avec l'aimable autorisation de F. Boineau)

(I) Génération du flux gazeux; (V_{MF}) : vanne de micro-fuite; (MMF) : moteur pas à pas associé au positionnement de V_{MF} ; (Codeur MF) : codeur angulaire absolu associé à l'indication d'ouverture de V_{MF} .

(II) Mesure des pressions p_0 et p_R ; (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_{CDG1} et V_{CDG2}) : vannes à soufflet manuelles d'isolement des manomètres CDG; (V_{ManN}) : 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 \emptyset 20 mm; (Piston2) : piston \emptyset 5 mm; (M1 et M2) : moteurs pas à pas de pilotage en vitesse des pistons 1 et 2; (Codeur1 et Codeur2) : codeurs angulaires absolus associés à la mesure du déplacements des pistons 1 et 2; (Pt100-1 à 3) : sondes de température; (V_1 à V_3) : vannes à soufflet pneumatiques; (V_{R-M}) : vanne à soufflet manuelle d'isolement entre Vol-M et Vol-R; (AR M) : actionneur pneumatique rotatif associé à la vanne V_{R-M} ; (V_{M-Mad}) : vanne à soufflet pneumatique de modulation en capacité du volume de mesure.

(IV) Génération de pression; (Vol-T) : volume tampon; (PPS) : pompe primaire sèche; (PTM) : pompe turbo-moléculaire; (V_4) : vanne micro-fuite de dosage; (V_5) : vanne d'isolement à tiroir; (V_6) vanne à diaphragme; (ManV) : jauge à vide Pirani-Penning.

gazeux donc la valeur de de la conductance C_{MF} , il a été choisi une vanne de micro fuite, V_{MF} , adaptée à l’ultra-vide (Granville-Phillips, type 203) pour laquelle tous les éléments en contact avec le gaz sont en acier inoxydable 304L. D’après les données constructeur communiquées ont doit pouvoir régler la conductance entre $1 \cdot 10^{-16} \text{ m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ et $4 \cdot 10^{-4} \text{ m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ (donnée pour de l’azote) par rotation d’une molette. Un codeur angulaire à détection optique (Ivo GXM2H) a été placé sur l’axe de la molette afin de repérer les positions de cette vanne.

5.2 Mesure de la pression p_0 et p_R (II)

Afin de couvrir toute la gamme de flux gazeux et d’étalonner le dispositif, il est nécessaire de déterminer la pression de travail ($p_0 = p_R$) (6.2.1). Elle est mesurée à l’aide de deux manomètres de pression absolue : un manomètre à membrane capacitive CDG (MKS Instruments 690A) d’étendue 10 kPa et un manomètre numérique de pression absolue de type résonnant d’étendue 130 kPa (Druck, DPI 142) (*cf.* annexe C.4). Pour observer les variations de la pression p_0 dans le volume de mesure avec la meilleure résolution possible, nous associons un manomètre de pression différentielle à membrane capacitive d’étendue 100 Pa (MKS Instruments, type 616), identifié CDG R-M. Un volume intermédiaire fermé, dit volume de référence, maintient une pression de référence p_R initialement égale à p_0 et le manomètre CDG R-M fournit au système de régulation la différence de pression entre le volume de mesure et le volume de référence $\Delta p = p_0 - p_R$ avec une résolution de 0,001 Pa. Une vanne à soufflet permet de connecter le volume de mesure avec le volume de référence afin de relever le zéro initial et final du manomètre CDG R-M.

5.3 Pilotage et mesure de la variation du volume de mesure (III)

Le flux généré par le piston est égal au flux sortant du volume de mesure (*cf.* équation 5.3) $Q_{Pist} = -Q$. Ainsi mesurer le flux gazeux revient à asservir le signal

5.3. PILOTAGE ET MESURE DE LA VARIATION DU VOLUME DE MESURE (III)

du manomètre différentiel Δp à zéro en actionnant le piston à la vitesse adéquate, compensant exactement le flux gazeux à mesurer. Cependant, cette approche reste difficilement réalisable. En revanche Jousten *et al.* [20] ont montré une autre approche qui consiste à laisser varier le signal de sortie Δp en dents de scie entre deux seuils Δp_{min} et Δp_{max} , où la valeur absolue des seuils Δp_{min} et Δp_{max} respecte $|\Delta p| < 10^{-3} \cdot p_0$. Ces seuils sont définis au préalable avec comme limite d'être compris entre -100 Pa et 100 Pa. Lorsque les deux volumes, de mesure et de référence, sont isolés par la vanne de fermeture V_{RM} , le flux s'échappant fait diminuer la pression dans le volume de mesure. La valeur Δp diminue jusqu'au seuil Δp_{min} . Un automate actionne le piston avec une vitesse suffisante pour que le signal Δp croît jusqu'au seuil Δp_{max} . Le piston est arrêté et le signal Δp décroît de nouveau. Cette phase est répétée jusqu'à ce que le déplacement du piston ($x_2 - x_1$) soit de l'ordre de 10 mm. Les instants t_1 et t_2 , pour lesquels le signal Δp est nul sont reportés sur l'enregistrement du déplacement du piston et correspondent au déplacement ($x_2 - x_1$) représenté par la figure 5.3. Sur cet intervalle, la pression est égale en moyenne à p_0 . A la température T supposée constante, le flux gazeux est donné par l'expression :

$$Q = p_0 \cdot S \cdot \left(\frac{x_2 - x_1}{t_2 - t_1} \right). \quad (5.6)$$

La vitesse du piston v_{pist} est fixée de telle sorte que le flux gazeux généré par le piston Q_{pist} à l'intérieur du volume de mesure, permette la régulation en dents de scie entre les paliers Δp_{min} et Δp_{max} et soit de k_0 fois le flux gazeux à mesurer Q , soit :

$$Q_{pist} = k_0 \cdot Q, \quad (5.7)$$

De plus, pour un flux gazeux Q à générer, le flux gazeux parasite d'origine thermique [3, 19] a été estimé pour une vitesse v_{pist} de $90 \mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ et un facteur k_0 égal à 2, ce qui conditionne la valeur de la pression p_0 . Pour définir la pression de travail p_0 du fluxmètre, on regarde la valeur du flux gazeux que l'on souhaite générer dans la gamme $1 \cdot 10^{-8} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$ à $1 \cdot 10^{-3} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$. À partir des valeurs de v_{pist} et k_0 ,

5.3. PILOTAGE ET MESURE DE LA VARIATION DU VOLUME DE MESURE
(III)

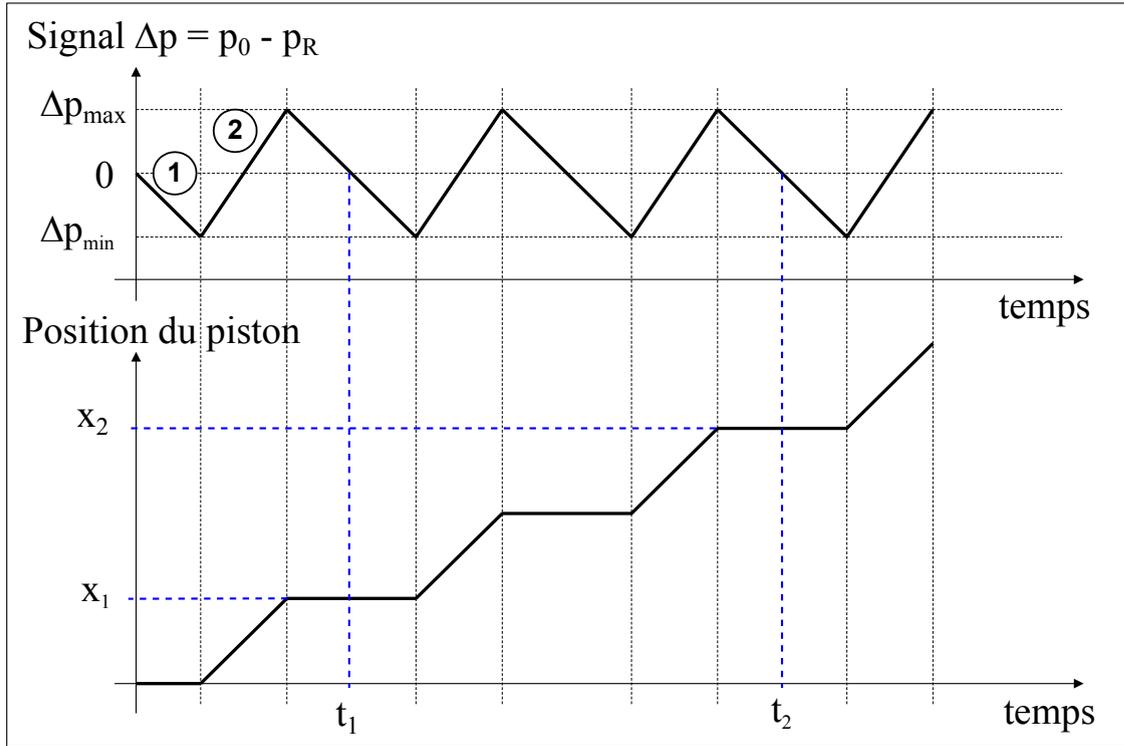


FIGURE 5.3 – Régulation de la variation de pression en dents de scie

Sur ce graphique, la différence de pression Δp et la position du piston sont représentés sur une même échelle de temps. En phase (1), après fermeture de la vanne V_{R-M} , le flux généré s'échappe du volume de mesure, Δp diminue jusqu'au premier seuil Δp_{min} . Le piston est immobile. En phase (2) 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 Δp jusqu'au seuil Δp_{max} . Lorsque Δp devient supérieur à Δp_{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 Δp , 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 Δp , piston actionné ; la position du piston à l'instant t_2 est x_2 .

5.4. GÉNÉRATION DE PRESSION (IV)

la pression p_0 est calculée d'après les équations 5.3 et 5.7 :

$$p_0 = k_0 \cdot \frac{Q}{S \cdot v_{pist}}. \quad (5.8)$$

Des calculs préliminaires ont donc été effectués afin de définir la pression de travail p_0 pour chaque palier destiné à la mesure par expansion continue (*cf.* section 6.2.1). Les paliers de pression de travail p_0 du fluxmètre sont compris entre 250 Pa et 130 kPa. Une fois p_0 déterminée, le choix du piston et celui du volume de mesure sont effectués pour améliorer la sensibilité de la mesure du fluxmètre.

Une gamme de mesure théorique du fluxmètre a pu être définie pour $k_0 = 2,0$ et une vitesse du piston $v_{piston} = 90 \mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$. Les calculs préliminaires ont montré que la pression de travail p_0 est comprise entre 250 Pa et 130 kPa. Si l'on reprend l'équation 5.8, les limites de flux gazeux théoriques, pour le piston 5 et pour le piston 20 sont décrites suivant le tableau 5.1.

TABLE 5.1 – Limites des flux gazeux théoriques, en fonction des pistons.

| | Q_{min} (Pa.m ³ .s ⁻¹) | Q_{max} (Pa.m ³ .s ⁻¹) |
|-----------|--|--|
| Piston 5 | $2,1 \cdot 10^{-7}$ | $1,2 \cdot 10^{-4}$ |
| Piston 20 | $3,6 \cdot 10^{-6}$ | $1,8 \cdot 10^{-3}$ |

On remarque que la zone de recoupement entre Q_{max} du piston 5 et Q_{min} du piston 20 est de l'ordre de deux décades. La compréhension d'autres éléments métrologiques permettra de mieux redéfinir cette zone de recoupement (*cf.* section 6.3.2).

5.4 Génération de pression (IV)

Un volume tampon d'une capacité d'environ 25 L associé à un groupe de pompage turbo-moléculaire (pompe primaire sèche Alcatel, type ACP28 en série avec une pompe turbo-moléculaire Alcatel, type ATP100) et alimenté en gaz par une vanne de dosage à micro-fuite, 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 $1,0 \cdot 10^{-4}$ Pa pour mesurer les zéros des manomètres absolus

5.4. GÉNÉRATION DE PRESSION (IV)

à membrane capacitive. Une jauge à vide de type Pirani-Penning (Pfeiffer, afficheur de type TPG261 associé à une jauge de type PKR251) connectée au volume tampon indique l'ordre de grandeur de la pression de travail. La seconde fonction du volume tampon est de maintenir une pression stable dans les volumes de référence et de mesure lors de la phase de stabilisation du flux gazeux.

Les chapitres 4 et 5 présentent les deux principaux moyens de mesures. L'association de ces deux installations permet la réalisation des mesures par la méthode d'expansion continue. Le chapitre suivant expose les conditions expérimentales puis explique la réalisation et le déroulement des mesures expérimentales.

Chapitre 6

Mesures de pression par la méthode de l'expansion continue

Les conditions aux limites, l'introduction et le pompage du gaz, les volumes mis en jeu et les caractéristiques de la conductance sont des points qui doivent être étudiés avec attention. La section suivante en fait l'étude. Après avoir fait l'analyse des conditions expérimentales, nous expliquerons dans ce chapitre explique le déroulement des mesures expérimentales, puis les mesures des trois principaux paramètres qui sont la mesure de flux gazeux Q , de la conductance C_v et du rapport de pression R_p .

6.1 Conditions expérimentales dans le cadre de l'expansion continue

Avant de réaliser des mesures, il est nécessaire de définir et de vérifier les conditions expérimentales pour la mise en place de la méthode de l'expansion continue. Il a été vu à la figure 1.3.2 qu'en régime d'écoulement moléculaire les chocs contre la paroi de la canalisation sont majoritaires. On considère que la résistance à l'écoulement du gaz est donc due aux chocs des molécules contre la paroi. Dans ce régime la conductance ne dépend pas de la pression. Le dispositif d'étalonnage peut être différencié en deux principaux éléments : le fluxmètre gazeux et l'enceinte de d'étalonnage étudiés dans le chapitre précédent. Cependant, pour mettre en place cette

6.1. CONDITIONS EXPÉRIMENTALES DANS LE CADRE DE L'EXPANSION CONTINUE

experimentation, quatre éléments sont requis : le système d'injection (le fluxmètre), l'enceinte d'étalonnage, la conductance et le système de pompage [21].

6.1.1 Introduction du gaz

Le système d'injection de gaz dans l'enceinte doit introduire le gaz de manière à ne pas perturber la distribution des vitesses des molécules. Il s'agit ici d'une distribution des vitesses maxwellienne (*cf.* annexe B). Une solution consiste à installer un déflecteur à l'avant du tube d'entrée. Cette chicane empêche le trajet direct des molécules de l'entrée de gaz à la sortie (orifice de la pompe). Il est également possible de former le tube d'entrée de telle sorte que les particules s'échappant ne perturbent pas la distribution des molécules. C'est la méthode utilisée au LNE et qui emploie une pipe d'admission (tube en forme de pipe).

6.1.2 Enceinte de mesure

La forme idéale des volumes d'étalonnage est sphérique, car elle minimise la surface de contact avec les molécules. En pratique un cylindre de hauteur et de diamètre du même ordre de grandeur est le plus souvent utilisé et limite l'encombrement. Le diamètre des chambres d'étalonnage doit être bien supérieur à celui de la conductance, le rapport des surfaces devant être de l'ordre de 1000. De plus, le rapport entre le volume de l'enceinte et le volume créé par les brides et raccord de connexion doit être inférieur à 50. Enfin, les brides portant les jauges à étalonner doivent être orientées de telle sorte qu'il n'existe aucune interaction directe entre les jauges à étalonner, l'entrée du gaz et l'orifice de la pompe.

6.1.3 Conductance et vitesse de pompage

La condition principale est de s'assurer que le libre parcours moyen λ des molécules est très petit devant les dimensions de la conductance ($\lambda \ll d$) [21]. Dans l'étude précédente [6], il a été calculé que pour un rapport de pression de l'ordre de 100 et si l'on considère la conductance comme un diaphragme, le diamètre d

6.1. CONDITIONS EXPÉRIMENTALES DANS LE CADRE DE L'EXPANSION CONTINUE

du trou nécessaire est de 9,4 mm. En revanche, la vanne de “conductance variable” utilisée dans cette étude (*cf.* la section 4.2) possède une surface de conduction de la forme “arc-fin”. Pour avoir un ordre de grandeur des distances d’ouverture mise en jeu, l’étude préalable a montré que la fermeture de ce type de vanne correspond au rapprochement de deux cercles. Le calcul a montré que les diamètres des deux cercles se situent à 3 mm l’un de l’autre. Cette surface de conduction reproduite en annexe D montre que la distance la plus grande à l’intérieur de celle-ci est de l’ordre de 50 mm.

Le libre parcours moyen λ à une température T et une pression p est donné par [6] :

$$\lambda = \frac{k \cdot T}{\sqrt{2} \cdot \pi \cdot a^2 \cdot p}, \quad (6.1)$$

où le terme $\sqrt{2} \cdot \pi \cdot a^2$ correspond à la section de choc efficace d’une molécule de diamètre a . Le rapport du libre parcours moyen au diamètre d de la canalisation détermine le régime d’écoulement. Lorsqu’il est supérieur à trois, le régime est dit moléculaire ($\lambda > 3 \cdot d$). Pour de l’azote à 293 K et $a=0,37$ nm :

$$\lambda = \frac{6,5 \cdot 10^{-3}}{p}. \quad (6.2)$$

Ainsi, le libre parcours moyen λ dépend de la pression ; or la condition d’écoulement en régime moléculaire est $\lambda > d$. Choisissons la condition suivante $\lambda > 3 \cdot d$:

$$\lambda = \frac{6,5 \cdot 10^{-3}}{p} > 3 \cdot d, \quad (6.3)$$

Pour respecter la condition d’être en régime moléculaire au niveau de la conductance, la pression doit être inférieure à $4 \cdot 10^{-2}$ Pa. Les mesures de pression réalisées pour le calcul de la conductance seront réalisées à des pressions inférieures à $4 \cdot 10^{-2}$ Pa. Ce qui correspond à un libre parcours moyen de $\lambda > 150$ mm.

L’une des conditions nécessaires pour la mise en place de cette méthode est de considérer la conductance très petite devant la vitesse de pompage du volume 2, soit

6.1. CONDITIONS EXPÉRIMENTALES DANS LE CADRE DE L'EXPANSION CONTINUE

$C_v \lll S_{vol\ 2}$ [2]. De plus, si la vitesse de pompage n'est pas assez importante devant la conductance et s'il y a de possibles variations de températures, il peut exister ce que l'on appelle en anglais un "back streaming factor" littéralement en français "un facteur de retour de ruissellement" qui dépend de la pression et des propriétés du gaz utilisé. De ce fait, une correction devra être appliquée à la conductance. Ce facteur correctif est souvent utilisé dans le cas de l'extrême ultra-vide. Dans le cas de notre étude la condition principale $C_v \lll S_{vol\ 2}$ est respectée.

La pression limite ou pression résiduelle atteinte lors d'un pompage a son importance. Elle conditionne le début de l'expérimentation et dépend essentiellement du dégazage à l'intérieur de l'enceinte. En effet, elle est de l'ordre de $2 \cdot 10^{-7}$ Pa, selon les manomètres HCG; mais cette valeur dépend de la durée du pompage et de la pression la plus élevée atteinte avant la fermeture de la vanne de micro-fuite V_{MF} . La mesure de la pression limite de l'installation s'effectue lorsque V_{MF} est fermée. Il n'y pas d'injection d'azote et les molécules ionisées proviennent du dégazage du bâti. L'hypothèse de la stabilité du flux de dégazage et de la vitesse de pompage implique l'invariance de la pression limite.

L'étude de la pression résiduelle nécessite d'utiliser un spectromètre de masse. Malheureusement, puisque le nôtre est en cours de qualification, les mesures effectuées seront données sous forme d'hypothèse. La molécule majoritaire est la vapeur d'eau, auquel s'ajoutent l'hydrogène et le monoxyde de carbone.

Décidons alors d'estimer le flux de dégazage dans le Vol-1, par la méthode d'accroissement de pression :

$$Q = \frac{\Delta p}{\Delta t} \cdot (Vol_1) \cdot \frac{293,15}{T} + Q_{res}, \quad (6.4)$$

où $\Delta p/\Delta t$ est la variation de pression en fonction du temps mesurée à l'aide d'un manomètre à bille tournante, T température de l'enceinte et Q_{res} flux résiduel de l'installation.

Lorsque les vannes V_{C_v} et V_{MF} sont fermées, nous considérons qu'il n'y a pas de flux gazeux dans le dispositif. Dans ce cas le flux gazeux résiduel est donnée par

l'équation :

$$Q_{res} = \frac{\Delta p}{\Delta t} \cdot (Vol_1) \cdot \frac{293,15}{T}, \quad (6.5)$$

à la température de 293,15 K, et pour un volume Vol-1 = 65 L.

Nous trouvons un flux résiduel inférieur à $1,0 \cdot 10^{-8}$ Pa.m³.s⁻¹, ce qui correspond à une pression limite de l'ordre de 15 nPa, soit dix fois moins que celle mesurée expérimentalement avec les manomètres HCG. En posant l'hypothèse qu'un flux de dégazage soit le même pour le volume 2, nous calculons le flux résiduel en additionnant les volumes 1 et 2 avec les mesures précédentes (Vol-1 + Vol-2 = 100 L). Nous déduisons alors une pression résiduelle de l'ordre de 20 nPa.

6.1.4 Rapport de pressions

Comme la conductance, le rapport de pressions d'une installation est propre au dispositif. Ce rapport est calculé pour des pressions suffisamment élevées et mesurables par les manomètres SRG. De plus, le manuel de la pompe ADIXEN fournit un graphique exposant à partir de quelle pression la vitesse de pompage est supposée constante (*cf.* annexe E). Elle est effectivement constante en dessous de 7,0 mPa. Puisque, la pression dans le volume 2 n'excède pas 5,0 mPa, les mesures pourront être effectuées de 5,0 mPa à 0,1 mPa. Pour des pressions inférieures à 0,1 mPa la stabilité du manomètre SRG n'est pas acceptable, la répétabilité des mesures étant de l'ordre de 5 %.

6.2 Mesures expérimentales

Cette section décrit la mise en pratique des mesures par expansion continue et énoncera les différentes étapes pour la mise en place d'une nouvelle procédure. Nous définirons les différents paramètres intervenant dans l'expérience : le flux gazeux Q , la conductance C_v et le rapport de pression R_p . Nous calculerons ensuite les incertitudes sur ces composantes. Une spécificité de la mise en œuvre de la méthode

de l'expansion continue par notre équipe est le fait d'utiliser une conductance variable ; nous caractériserons en détail sa répétabilité sur plusieurs jours ainsi que la reproductibilité de son positionnement.

6.2.1 Calculs préliminaires

Des calculs préliminaires sont nécessaires pour fixer l'ordre de grandeur des paramètres relatifs au fluxmètre gazeux et à la mesure de pressions de référence. Le paramètre initial est la vitesse de pompage $S_{vol2} = 0,532 \text{ m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ (valeur calculée à la section 3.5.1 [6]). Ainsi, à partir des paliers de pression p_2 à générer, on déduit les valeurs de flux gazeux par l'équation 3.15. Puis, en prenant en compte les paramètres optimum du fluxmètre (v_{piston} , k_0 , S cf. section 5.3), on calcule la pression de travail p_0 du fluxmètre gazeux suivant l'équation 5.8. Suite aux résultats pour p_0 , les éléments associés au fluxmètre gazeux tels que le piston de travail, le volume de mesure et le manomètre sont choisis. Le tableau ci-dessous 6.1 donne ces résultats des calculs théoriques et le choix des éléments adéquats à une mesure de flux gazeux.

6.2.2 Optimisation des paramètres de mesure et synchronisation des moyens

Les mesures initiales ont permis d'adapter et d'optimiser les paramètres. Le rapport de pressions R_p est déterminé entre pour une pression p_2 comprise entre $2,0 \cdot 10^{-3} \text{ Pa}$ et $5,0 \cdot 10^{-3} \text{ Pa}$. Les trois paliers de mesure en dessous de $1,0 \text{ } \mu\text{Pa}$ permettront d'observer un éventuel décalage du zéro d'un capteur à étalonner.

Les seuils Δp_{min} et Δp_{max} 5.3 ont été choisis de sorte que les montées et les descentes (nombre de périodes de variations du signal Δp) soient suffisantes pour déterminer le rapport $(x_2 - x_1 / t_2 - t_1)$, pour un déplacement de 10 mm. Cette évolution en dents de scie, donnée pour un déplacement de 10 mm a une durée notée t_Q . Les manomètres à bille tournante MNA SRG2 MKS2 et MNA SRG2 MKS4, mesurant respectivement les pressions p_1 et p_2 , ont un temps d'intégration ou d'échantillonnage différents selon la décade de mesure. Pour une mesure, un minimum de cinq acqui-

6.2. MESURES EXPÉRIMENTALES

TABLE 6.1 – Paramètres théoriques du fluxmètre gazeux

| Palier n° | p_2 (Pa) | $Q = p_2 \cdot S_{vol2}$ (Pa.m ³ .s ⁻¹) | $p_0 = k_0 \cdot \frac{Q}{S \cdot v_{pist}}$ (Pa) | Piston (mm) | Manomètre | Volume (cm ³) |
|--------------|---------------------|---|--|----------------|-----------|------------------------------|
| 1 | $4,0 \cdot 10^{-7}$ | $2,1 \cdot 10^{-7}$ | 239 | 5 | CDG-2 | 46 |
| 2 | $5,0 \cdot 10^{-7}$ | $2,7 \cdot 10^{-7}$ | 298 | | | |
| 3 | $8,0 \cdot 10^{-7}$ | $4,3 \cdot 10^{-7}$ | 477 | | | |
| 4 | $1,0 \cdot 10^{-6}$ | $5,3 \cdot 10^{-7}$ | 597 | | | |
| 5 | $2,0 \cdot 10^{-6}$ | $1,1 \cdot 10^{-6}$ | 1193 | | | |
| 6 | $5,0 \cdot 10^{-6}$ | $2,7 \cdot 10^{-6}$ | 2984 | | | |
| 7 | $7,0 \cdot 10^{-6}$ | $3,7 \cdot 10^{-6}$ | 4177 | | | |
| 8 | $1,0 \cdot 10^{-5}$ | $5,3 \cdot 10^{-6}$ | 5967 | | | |
| 9 | $2,0 \cdot 10^{-5}$ | $1,1 \cdot 10^{-5}$ | 11935 | | | |
| 10 | $5,0 \cdot 10^{-5}$ | $2,7 \cdot 10^{-5}$ | 29837 | | | |
| 11 | $7,0 \cdot 10^{-5}$ | $3,7 \cdot 10^{-5}$ | 41771 | | | |
| 12 | $1,0 \cdot 10^{-4}$ | $5,3 \cdot 10^{-5}$ | 59673 | | | |
| 13 | $2,0 \cdot 10^{-4}$ | $1,1 \cdot 10^{-4}$ | 119346 | | | |
| 14 | $5,0 \cdot 10^{-4}$ | $2,7 \cdot 10^{-4}$ | 18822 | | | |
| 15 | $7,0 \cdot 10^{-4}$ | $3,7 \cdot 10^{-4}$ | 26350 | | | |
| 16 | $1,0 \cdot 10^{-3}$ | $5,3 \cdot 10^{-4}$ | 37643 | | | |
| 17 | $2,0 \cdot 10^{-3}$ | $1,1 \cdot 10^{-3}$ | 75287 | | | |
| 18 | $3,0 \cdot 10^{-3}$ | $1,6 \cdot 10^{-3}$ | 112930 | | | |
| 19 | $4,0 \cdot 10^{-3}$ | $2,1 \cdot 10^{-3}$ | 150573 | | | |
| 20 | $5,0 \cdot 10^{-3}$ | $2,6 \cdot 10^{-3}$ | 188217 | | | |

6.2. MESURES EXPÉRIMENTALES

sitions est préconisé par le constructeur (MKS). On note t_{SRG} , le temps nécessaire pour une mesure de pression avec les manomètres SRG de l'enceinte. C'est pourquoi la synchronisation des temps de mesure doit répondre à la condition $t_Q \approx t_{SRG}$.

Le tableau 6.2 donne un exemple pour deux paliers de mesure de flux gazeux. On remarquera que pour des pressions inférieures à 70 μPa le fluxmètre est synchronisé avec un manomètre MNA SRG2 MKS2 pour (p_1) et que pour des pressions supérieures à 70 μPa la synchronisation s'effectue avec les deux manomètres MNA SRG2 MKS2 (p_1) et MNA SRG2 MKS4 (p_2).

TABLE 6.2 – Exemple du temps de mesure pour deux paliers d'étalonnage.

| MNA SRG2 MKS2 (p_1) | | | | MNA SRG2 MKS4 volume 2 (p_2) | | | | Temps de mesure du flux Gazeux |
|-------------------------|-----------|--------------|------------------|----------------------------------|-----------|--------------|------------------|-----------------------------------|
| p_1 (Pa) | N_{Acq} | t_i (s) | t_{SRG} (s) | p_2 (Pa) | N_{Acq} | t_i (s) | t_{SRG} (s) | |
| $1,0 \cdot 10^{-4}$ | 8 | 25 | 200 | | | | | 200 |
| $2,0 \cdot 10^{-2}$ | 10 | 15 | 150 | $2,0 \cdot 10^{-4}$ | 6 | 25 | 150 | 150 |

avec, p_1 la pression mesuré dans le volume 1 et p_2 la pression mesuré dans le volume 2. N_{Acq} correspond au nombre d'acquisition pour une mesure complète. t_i correspond au temps d'intégration du manomètre utilisé pour une acquisition et t_{SRG} le temps pour une mesure complète à avec un manomètre SRG.

Ainsi, les paramètres du fluxmètre gazeux tels que, la pression de travail p_0 , la vitesse du piston et les seuils Δp_{min} et Δp_{max} , ont été adaptés pour optimiser les temps de mesure. Rappelons que la valeur absolue des seuils Δp_{min} et Δp_{max} respecte $|\Delta p| < 10^{-3} \cdot p_0$.

D'après l'équation 3.8, le réglage de la conductance C_{MF} fixe la valeur du flux gazeux Q pour p_0 donné. Il suffit donc pour générer un palier p_2 de régler p_0 (à l'aide du tableau 6.1), puis d'ouvrir la vanne de micro-fuite V_{MF} jusqu'à l'obtention de p_2 sur le manomètre à étalonner en tenant compte d'un éventuel offset de celui-ci. Après quelques minutes de stabilisation, le flux gazeux Q peut être mesuré grossièrement avec la méthode de remontée de pressions dans le volume de mesure du fluxmètre à

l'aide du manomètre CDG R-M :

$$Q = V_M \cdot \frac{\Delta p}{\Delta t}. \quad (6.6)$$

Suivant la correspondance de cette valeur de flux gazeux avec la pression p_0 (du tableau 6.1), l'ouverture de la vanne V_{MF} est ajustée ou non. Nous constatons qu'une ouverture identique de la vanne (donc de la valeur de C_{MF}) est satisfaisante pour effectuer plusieurs paliers de flux gazeux ($1, 8 < k_0 < 2, 2$). L'ouverture de la vanne est réajustée lorsque ce critère n'est plus satisfait. Toutefois, pour les flux gazeux élevés, nous observons que C_{MF} augmente plus rapidement en fonction de p_0 , ce qui nous conduit à refermer légèrement la vanne pour les paliers de mesures p_2 entre $2,0 \cdot 10^{-3}$ Pa et $5,0 \cdot 10^{-3}$ Pa. La vanne V_{MF} est équipée d'un codeur angulaire à détection optique qui permet théoriquement de positionner l'ouverture de façon répétable pour obtenir les paliers p_2 . En fait, l'expérience a montré qu'on ne pouvait obtenir qu'un repositionnement approximatif à partir de l'indication du codeur. Néanmoins, une valeur approchée de la lecture du codeur peut être utilisée pour un réglage initial.

L'ensemble des paramètres complets de l'expérience est compilé dans le tableau 6.3.

Pour mettre en œuvre les paliers de pression, le déroulement de l'étalonnage et le mode opératoire pour une mesure sont présentés dans la section suivante.

6.2.3 Déroulement d'un étalonnage par expansion continue.

Le déroulement d'un étalonnage par la méthode d'expansion continue doit respecter la notion de temps de deux semaines de préparation et d'étalonnage. La mise au point d'une procédure sur cet intervalle de temps est étudié.

Dans un premier temps, la mise en place des manomètres étalons et ceux à étalonner est effectuée ainsi que le raccordement des deux moyens principaux, le fluxmètre sur l'enceinte XHV-RIBER. Après cette phase de montage, la mise en place de la vanne de "conductance variable" V_{c_v} est réalisée.

Dans un second temps, l'enceinte et le fluxmètre sont conditionnés. Une pres-

6.2. MESURES EXPÉRIMENTALES

TABLE 6.3 – Paramètres d'étalonnage

| Palier n° | Position V_{MF} | p_2 (Pa) | p_0 (Pa) | Seuil (Pa) $\Delta p_{min} = \Delta p_{max}$ | Vitesse piston ($\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$) | Piston | Manomètre | Volume (cm^3) |
|--------------|----------------------------------|---------------------|---------------|---|---|--------|-----------|-----------------------------|
| 1 | Réglage 1 (≈ 10050) | $4,0 \cdot 10^{-7}$ | 250 | 0,06 | 85 | 5 | CDG-2 | 46 |
| 2 | | $5,0 \cdot 10^{-7}$ | 400 | 0,06 | 80 | | | |
| 3 | | $8,0 \cdot 10^{-7}$ | 500 | 0,06 | 75 | | | |
| 4 | Réglage 2 (≈ 10520) | $1,0 \cdot 10^{-6}$ | 600 | 0,1 | 95 | | | |
| 5 | | $2,0 \cdot 10^{-6}$ | 1200 | 0,2 | 90 | | | |
| 6 | | $5,0 \cdot 10^{-6}$ | 3200 | 0,5 | 85 | | | |
| 7 | $7,0 \cdot 10^{-6}$ | 4800 | 0,8 | 85 | | | | |
| 8 | Réglage 3 (≈ 10890) | $1,0 \cdot 10^{-5}$ | 5900 | 1,5 | 90 | | | |
| 9 | | $2,0 \cdot 10^{-5}$ | 13460 | 3 | 90 | | | |
| 10 | | $5,0 \cdot 10^{-5}$ | 29000 | 4,5 | 90 | | | |
| 11 | | $7,0 \cdot 10^{-5}$ | 39000 | 6 | 95 | | | |
| 12 | | $1,0 \cdot 10^{-4}$ | 59000 | 8 | 105 | | | |
| 13 | | $2,0 \cdot 10^{-4}$ | 93000 | 12 | 120 | | | |
| 14 | Réglage 4 (≈ 19100) | $5,0 \cdot 10^{-4}$ | 19000 | 10 | 90 | 20 | ManN | 164 |
| 15 | | $7,0 \cdot 10^{-4}$ | 25000 | 17 | 95 | | | |
| 16 | | $1,0 \cdot 10^{-3}$ | 36000 | 22 | 100 | | | |
| 17 | Réglage 5 (≈ 17200) | $2,0 \cdot 10^{-3}$ | 75500 | 30 | 90 | | | |
| 18 | | $3,0 \cdot 10^{-3}$ | 96500 | 70 | 100 | | | |
| 19 | | $4,0 \cdot 10^{-3}$ | 113000 | 80 | 120 | | | |
| 20 | | $5,0 \cdot 10^{-3}$ | 129000 | 80 | 130 | | | |

sion résiduelle minimum au niveau de l'enceinte doit être atteinte de l'ordre de $2,0 \cdot 10^{-8}$ Pa. Une semaine de pompage avec étuvage est nécessaire. Puis un rinçage est effectué avec de l'azote. Au niveau du fluxmètre seul un pompage et un rinçage sont effectués. Les filaments des manomètres à cathode chaude sont dégazés. Cette opération consiste à alimenter la cathode avec un courant d'émission (de l'ordre de 10 mA) deux fois plus important qu'en fonctionnement normal de façon à faire partir les impuretés adsorbées lors du contact avec l'air ambiant. Suite à ces étapes, la réalisation de l'étalonnage peut démarrer. Trois cycles au minimum sont réalisés à raison d'un cycle par jour.

La figure 6.1 représente un logigramme qui montre le déroulement chronologique d'un étalonnage de mesures par expansion continue. La figure 6.2 présente le déroulement des différentes phases pour une mesure sur un jour.

6.2. MESURES EXPÉRIMENTALES

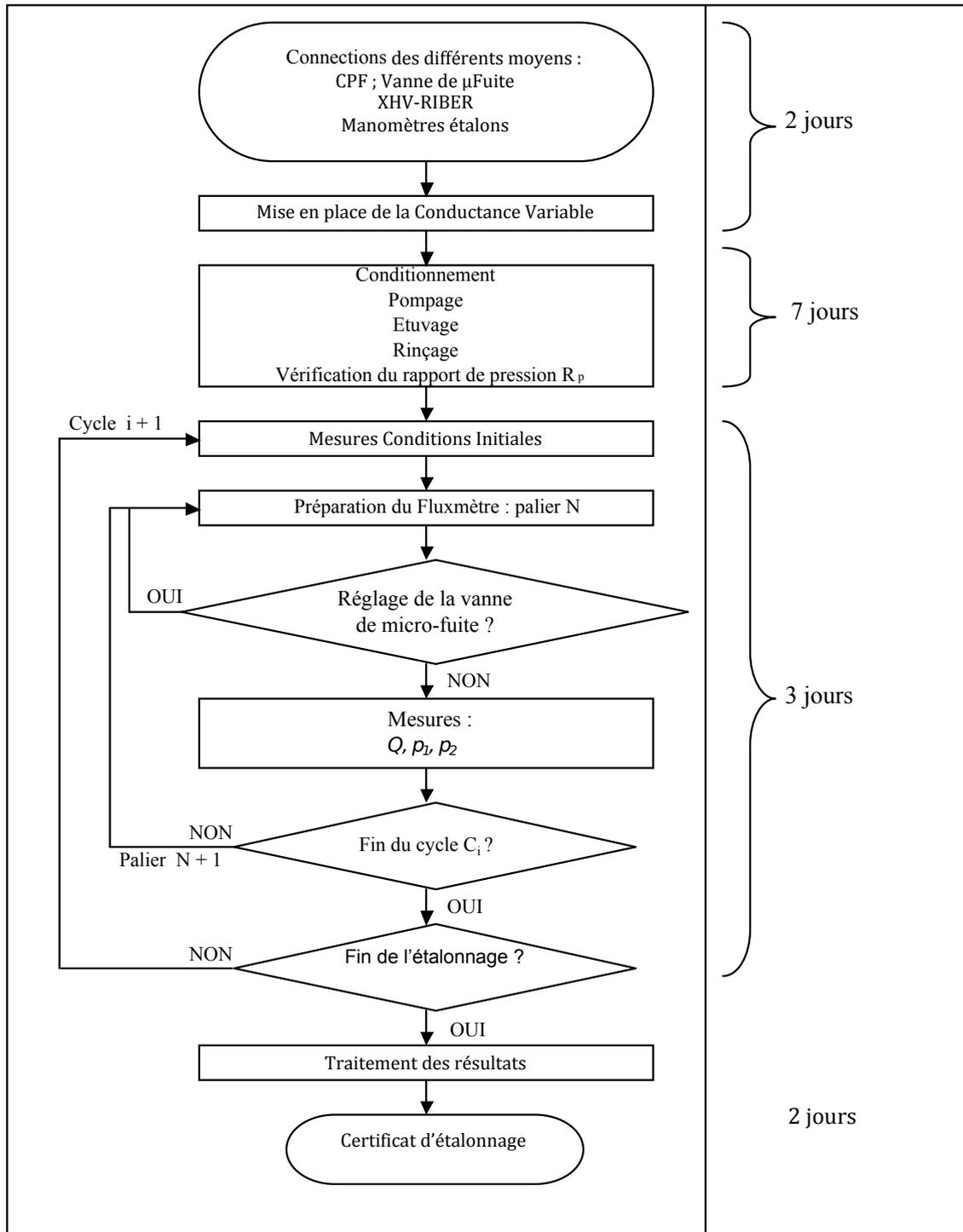


FIGURE 6.1 – Logigramme des différentes phases de l'étalonnage par expansion continue

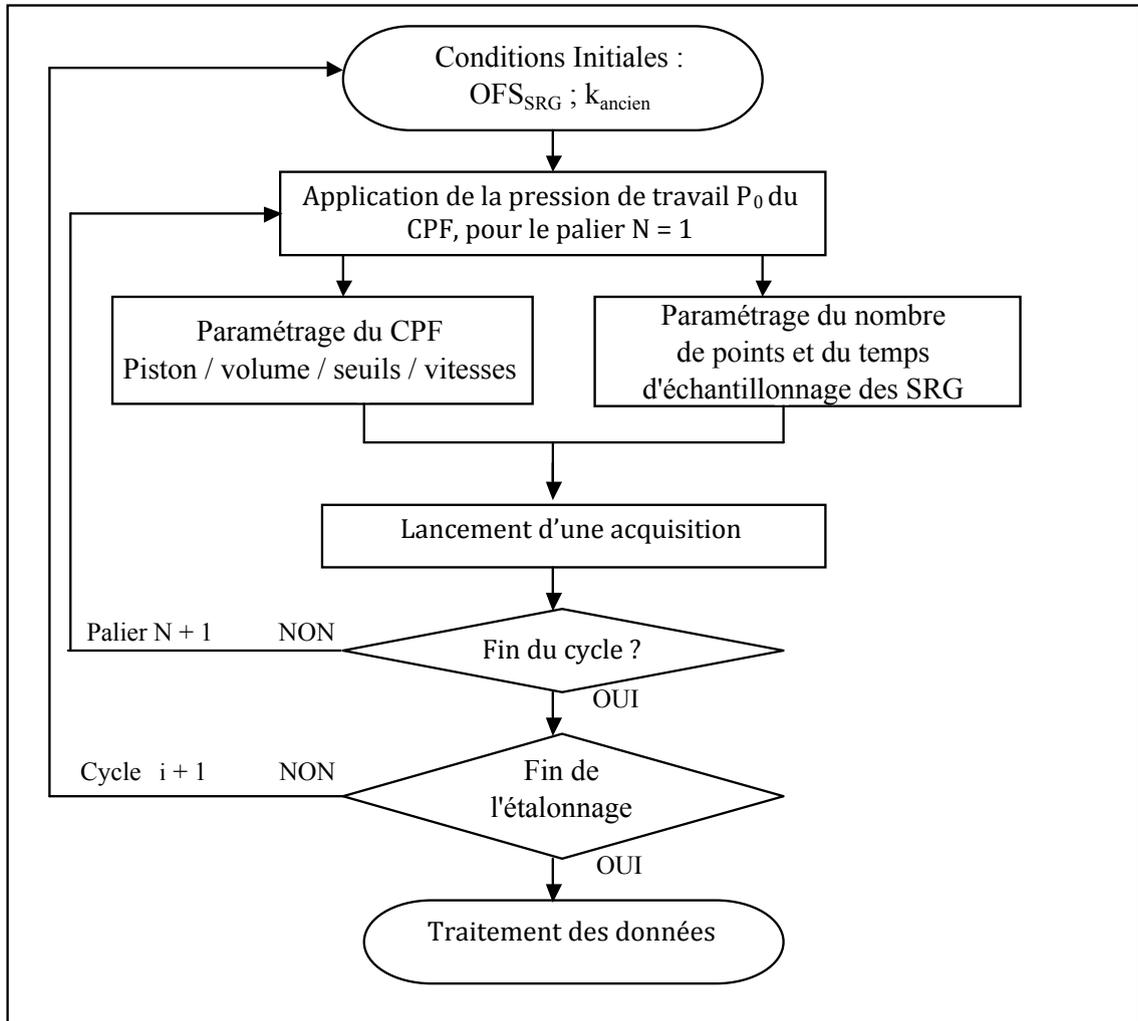


FIGURE 6.2 – Logigramme des différentes phases pour un cycle par expansion continue

6.2. MESURES EXPÉRIMENTALES

En reprenant, les éléments de la figure 4.4, le mode opératoire pour une mesure par expansion continue est établi.

Pour le premier palier de pression la vanne V_{MF} est fermée, puis les valeurs au vide limite des manomètres étalons et à étalonner sont relevées. Le pompage dans les volumes du fluxmètre est arrêté, les vannes V_5 et V_6 sont fermées et les pompes associées (PPS et PPT) sont éteintes. Les vannes V_1 , V_2 , V_3 , V_{R-M} , V_{ManN} , V_{M-Mad} , V_{CDG1} , et V_{CDG2} sont normalement ouvertes. Le manomètre de référence CDG-2 est choisi pour mesurer la pression de travail p_0 . On relève la valeur du zéro dans le cas où il y est un décalage d'offset. Enfin, les vannes V_{CDG1} et V_{ManN} des manomètres doivent être fermées car ces capteurs ne sont pas utilisés.

L'azote est introduit dans les volumes du fluxmètre gazeux par la vanne de dosage V_4 jusqu'à atteindre la pression p_0 . Dès l'ouverture de V_4 une montée au premier palier de pression p_0 est effectuée. La vanne V_4 est alors refermée. Après stabilisation de la pression dans tous les volumes (environ cinq minutes), on ouvre la vanne V_{MF} jusqu'à obtenir la pression désirée dans les volumes 1 et 2 (*cf.* tableau 6.3). De même que pour le fluxmètre, il faut attendre environ quinze minutes pour la stabilisation de l'équilibre dynamique au sein de l'enceinte XHV-RIBER (pour les premiers paliers jusqu'à 10 μPa). On profite de ce temps pour paramétrer le fluxmètre avec les valeurs du tableau 6.3 ($p_0 = 250 \text{ Pa}$; $\Delta p_{min} = \Delta p_{max} = 0,06 \text{ Pa}$; Piston 5, Volume de mesure 46 cm^3). Les moyens de mesure (capteurs, enceinte, fluxmètre et conductances) sont alors prêts pour la première mesure.

La mesure de flux gazeux s'effectue après lancement d'une acquisition, via le logiciel de mesure (il s'agit d'une interface LabVIEW fournie par l'entreprise ASCO qui réalisa le programme de pilotage du fluxmètre), et après la fermeture presque instantanée des vannes V_3 , V_2 et V_{R-M} . La synchronisation des mesures de flux gazeux et des acquisitions des manomètres SRG s'effectue dès le premier passage à $\Delta p = 0$ du CDG R-M, pour le piston de travail immobile (*cf.* figure 5.3). Lorsque le déplacement de 10 mm est atteint, les vannes V_3 , V_2 et V_{R-M} sont de nouveau ouvertes.

Le piston est ramené en position initiale. On peut alors réaliser, le deuxième palier, en suivant les paramètres d'étalonnages du tableau 6.3 et en reprenant les indications précédentes. Une feuille de calcul dans le logiciel Excel a été créée, pour enregistrer les valeurs de mesure des manomètres et de flux gazeux et traiter les résultats.

6.2.4 Acquisitions et traitements des résultats

Les capteurs qui mesurent p_1 et p_2 sont les manomètres à bille tournante identifiés MNA SRG2 MKS2 (p_1) et MNA SRG2 MKS4 (p_2) auxquels sont associés des manomètres à cathode chaude respectivement le MNA EXT3 (constitué d'une électronique Leybold type IM 540 associée à la tête de mesure Leybold type IE 514) et le MNA BA-GP370-2 (constitué d'une électronique Granville Phillips type 370 associée à la tête de mesure Granville Phillips type UHV-Y). Il s'agit d'un couple de manomètres : ceux à cathode chaude permettent de corriger l'offset des manomètres à bille tournante et les manomètres à bille tournante permettent de calculer le coefficient K des manomètres à cathode chaude (cf. section 2.4). Ainsi, le traitement des résultats commencera par l'analyse des acquisitions de pression des couples de manomètres et finira par les calculs de la conductance C_v , du rapport de pression R_p et de la pression de référence p_{ref} . Notons que le manomètre à cathode chaude MNA BA-GP370-2 sera étalonné par expansion continue entre $1,0 \cdot 10^{-6}$ Pa et $1,0 \cdot 10^{-3}$ Pa (cf. section 7.2).

Le traitement des résultats s'effectue comme suit. Tout d'abord, les valeurs à la pression limite des manomètres sont relevées, l'offset des manomètres à bille tournante est réglé, puis les acquisitions sont réalisées au cours desquelles le coefficient K des manomètres à cathode chaude est calculé. La figure 6.3 ci dessous représente un logigramme structurant ces différentes étapes.

Pour être validée, la feuille de traitement des résultats doit être soumise à une vérification. Celle-ci est faite en réalisant les calculs à part et en comparant les résultats à ceux de la feuille de traitement. S'il n'y a pas eu d'écarts, la feuille est

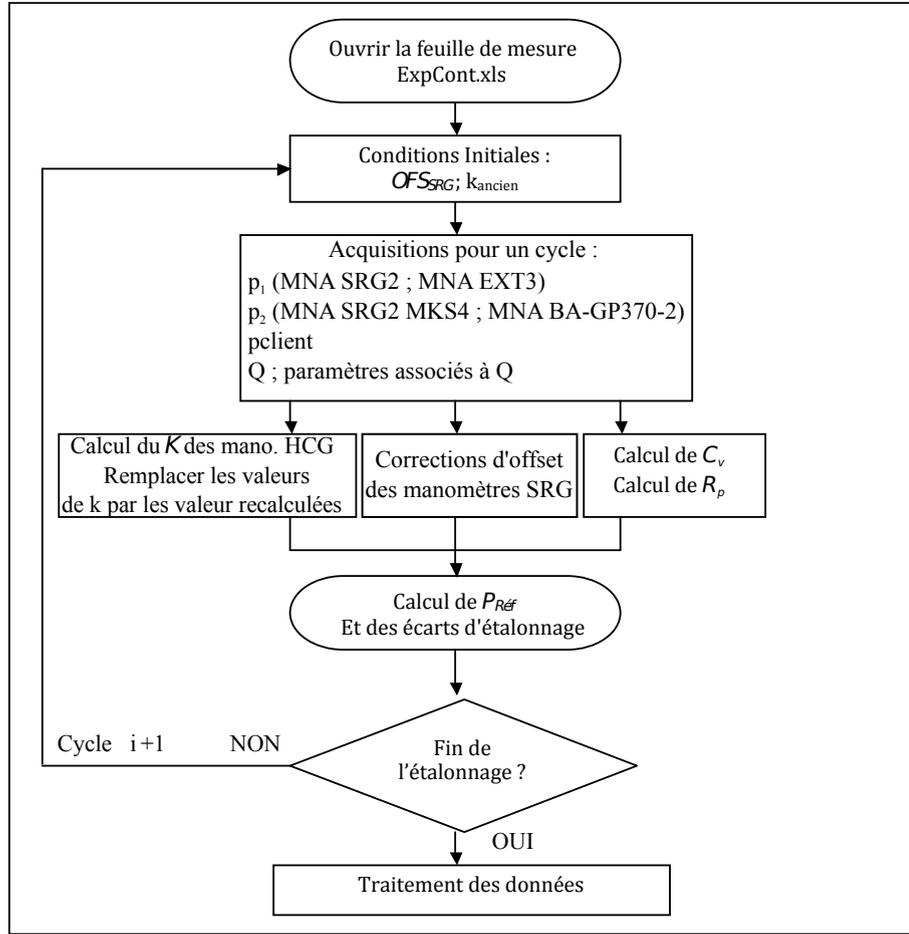


FIGURE 6.3 – Logigramme du traitement des résultats

donc validée.

Les sections suivantes présentent en détail les calculs des différents paramètres Q , C_v et R_p essentiels pour la détermination de la pression de référence. Les éléments métrologiques de ces paramètres seront présentés ainsi que leurs incertitudes associées.

6.3 Mesures du flux Q_C au niveau de la conductance

Cette section a pour but d'énoncer les éléments métrologiques du flux gazeux. Enfin nous définirons, pour les paliers de pression appropriés à la méthode de l'ex-

pansion continue, les incertitudes et les gammes de mesure du flux gazeux au niveau de la conductance.

6.3.1 Éléments métrologiques et paramètres d'influence

D'après l'équation 5.6, la mesure de Q dépend de la surface S du piston utilisé, de son déplacement ($x_1 - x_2$), du temps de déplacement correspondant ($t_1 - t_2$), et de la pression de travail p_0 . Outre ceux de l'équation 5.6, d'autres paramètres sont influents aux mesures de flux gazeux : la température T , le flux gazeux d'origine thermique Q_{th} ainsi que le flux gazeux Q_{pe} issu des passages étanches. Cela conduit à établir l'équation finale suivante :

$$Q(T) = p_0 \cdot S \cdot \left(\frac{x_2 - x_1}{t_2 - t_1} \right) + Q_{pe} + Q_{th}. \quad (6.7)$$

La valeur du flux gazeux, mesuré à la température T_M du volume de mesure, est calculée à l'emplacement de la conductance, à la température T_c par l'équation

$$Q(T_c) = Q(T) \cdot \frac{T_c}{T_M}. \quad (6.8)$$

Estimons maintenant l'incertitude de mesure associée à chacune de ces composantes selon le *Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure* (GUM) [22].

Piston

Les incertitudes relatives élargies sur les diamètres des deux pistons sont par coïncidence identiques et valent $2,1 \cdot 10^{-4}$, ce qui correspond à une incertitude relative élargie de $4,2 \cdot 10^{-4}$ sur la surface S .

La mesure du déplacement des pistons s'effectue avec des codeurs angulaires à détection optique (Ivo GXM2H). Le signal numérique de ces codeurs est ensuite converti en un déplacement à partir de la valeur théorique du pas de vis de 1 mm par tour. Les codeurs sont identiques pour chaque piston et le nombre de bits par tour associé au pas de vis donne la résolution de $0,061 \mu\text{m}$ sur le déplacement.

6.3. MESURES DU FLUX Q_C AU NIVEAU DE LA CONDUCTANCE

L'étalonnage des capteurs de déplacements a été réalisé par le département *Force-couple-accelérométrie* du laboratoire à l'aide d'un interféromètre laser. Une fois que les pistons ont été placés sur leur position initiale x_0 , l'étalonnage peut commencer. Pour dix points de mesure, le déplacement x_{int} mesuré par l'interferomètre et le déplacement x_{lu} lu par le codeur sont relevés, sur un déplacement de 23,5 mm . Enfin, un facteur de correction linéaire k_{pist} est déterminé et appliqué pour chaque piston. Le déplacement corrigé Δx est donnée par $\Delta x = \Delta x_{lu} \cdot k_{pist}$. Les tableaux 6.4 et 6.5 tiennent compte de l'écart au modèle $e_x = \Delta x - \Delta x_{int}$. Puisque l'historique de la dérive est basée sur seulement deux étalonnages, nous appliquons une loi de distribution rectangulaire.

Lors des mesures préliminaires un problème est survenu au niveau du piston 1. Les sécurités liées au déplacement des pistons n'ont pas fonctionné au moment d'un retour à la position initiale, ce qui a engendré une casse des butées mécaniques de l'un des pistons. Suite à ce problème et à la réparation, un deuxième étalonnage a été effectué en juillet 2012. Il a été remarqué que la valeur du facteur de correction du piston 1 avait dérivé par rapport au premier et seul étalonnage réalisé en 2009 avec un écart de l'ordre de 0,3 %. Cette dérive a été prise en compte dans le bilan d'incertitude pour un déplacement de 10 mm. Le déplacement du fluxmètre pour l'expansion continue doit dépasser 10 mm. Un étalonnage est prévu l'année prochaine pour vérifier la stabilité du facteur de correction linéaire.

TABLE 6.4 – Incertitude sur la mesure du déplacement du piston 2 de diamètre 5 mm (pour un déplacement de $\Delta x = 10$ mm)

| Déplacement du piston 2 de diamètre 5 mm | | | | |
|---|--|---------------|--|------------------------------------|
| Composantes | Incertitude type sur la composante (μm) | Distribution | Coefficient de sensibilité ($\mu\text{m} \cdot \text{unité}^{-1}$) | Incertitude type (μm) |
| Étalonnage du déplacement | 1,0 | Normale | 1 | 1,0 |
| Dérive | 1,8 | Rectangulaire | 1 | 0,52 |
| écart au modèle $ e_x \text{ max}$ | 5,2 μm | | | |
| Incertitude élargie en μm ($k = 2$) : $2u + e_x$ | | | | 7,5 |

6.3. MESURES DU FLUX Q_C AU NIVEAU DE LA CONDUCTANCE

TABLE 6.5 – Incertitude sur la mesure du déplacement du piston 1 de diamètre 20 mm (pour un déplacement de $\Delta x = 10$ mm)

| Déplacement du piston 1 de diamètre 20 mm | | | | |
|---|--|---------------|--|------------------------------------|
| Composantes | Incertitude type sur la composante (μm) | Distribution | Coefficient de sensibilité ($\mu\text{m}\cdot\text{unité}^{-1}$) | Incertitude type (μm) |
| Étalonnage du déplacement | 1,0 | Normale | 1 | 1,0 |
| Dérive | 30,0 | Rectangulaire | 1 | 8,7 |
| écart au modèle e_x max | 3,9 μm | | | |
| Incertitude élargie en μm ($k = 2$) : $2u + e_x$ | | | | 22 |

Pour un déplacement de 10 mm, l'incertitude relative élargie associée à la lecture du déplacement du piston 2 est de $3,7 \cdot 10^{-4}$. Pour le piston 1 l'incertitude relative élargie est de $1,1 \cdot 10^{-3}$. Pour le piston 1 cette incertitude élevée est essentiellement due à la dérive.

Manomètres

La mesure de la pression p_0 du volume de référence est effectuée avec deux manomètres de pression absolue : un à membrane capacitive CDG pour les pressions inférieures à 13 kPa et un autre numérique de pression absolue de type résonnant d'étendue de 130 kPa pour les pressions supérieures à 13 kPa.

Le manomètre numérique de type résonnant *ManN* est étalonné par comparaison à une balance de pression absolue. L'incertitude élargie sur la mesure de la pression par ce manomètre est de 23 Pa sur toute son étendue.

Le manomètre *CDG2* est étalonné par comparaison au manomètre numérique à piston non rotatif de référence FPG. L'incertitude élargie sur la mesure de la pression de travail p_0 est $U = (1,5 \text{ Pa} + 1,3 \cdot 10^{-3} \times p_0)$.

À cause des deux étalons il a été difficile de dégager une incertitude-type globale de la pression p_0 . Les incertitudes-types sont comprises entre $8,0 \cdot 10^{-4} \times p_0$ et $1,5 \cdot 10^{-4} \times p_0$. Cependant, il sera vu dans ce chapitre que l'incertitude liée aux manomètres étalons reste inférieure à celles liées à certains paramètres, notamment

l'incertitude due à l'étanchéité des passages des pistons dans le volume de mesure et du flux gazeux d'origine thermique. Nous choisissons, $u(p_0) = 6,0 \cdot 10^{-4} \times p_0$ comme incertitude-type sur la composante de la pression lue par les manomètres.

Temps de mesure

Le temps de mesure ($t_2 - t_1$) est déterminé avec l'horloge de l'ordinateur et son incertitude-type relative est estimée inférieure à 1.10^{-4} . Lors de la qualification du fluxmètre [19], il a été constaté que la dérive à court terme du manomètre de pression différentielle $CDGR - M$ pouvait causer une erreur sur l'intervalle de temps. Pour la gamme de mesure du fluxmètre de $1.10^{-6} \text{ Pa.m}^3.\text{s}^{-1}$ à $2.10^{-3} \text{ Pa.m}^3.\text{s}^{-1}$, l'erreur relative maximale est de $6,0.10^{-5}$. L'incertitude relative élargie sur la détermination du temps de mesure est de $2,4.10^{-4}$.

Température

L'incertitude associée à la mesure des sondes Pt 100 est composée principalement de la stabilité, de l'homogénéité à l'intérieur du volume de mesure (ajout d'un caisson thermique limitant les variations au niveau des volumes du fluxmètre) et de l'incertitude de raccordement des capteurs Pt 100. L'incertitude relative élargie sur la détermination de la température du gaz, à la sortie du fluxmètre, est de $2,2.10^{-4}$.

L'incertitude du flux gazeux qui nous intéresse est celle au niveau de la conductance. Une sonde de température a été placée au plus proche. La température T_c est mesurée à l'aide d'un capteur Pt 100 placée sur la vanne V_{c_v} . Le flux gazeux au niveau de la conductance, donné par l'équation 6.8, subit des variations de température dont les plus importantes sont de l'ordre de 0,2 K. Une incertitude-type relative de $6,8.10^{-4}$ en est déduite.

Flux gazeux d'origine thermique

Lors de la première qualification du fluxmètre [3], l'incertitude type sur le flux gazeux thermique Q_{th} était $u = 6,4.10^{-3} \cdot Q$. Cependant, comme pour la température,

l'ajout d'un caisson d'isolation thermique a permis de limiter le flux gazeux d'origine thermique. La deuxième qualification du fluxmètre a permis d'identifier les variations de pression d'origine thermique pour des pression de travail p_0 autour de la pression atmosphérique. En reprenant les deux qualifications précédentes, nous avons estimé une incertitude élargie relative associée au flux gazeux d'origine thermique Q_{th} de 0,1 %.

Flux gazeux issu des passages étanches

L'étude réalisée au laboratoire par D. Bentouati a mis en évidence qu'un flux gazeux Q_{pe} issu des passages étanches des pistons du fluxmètre se superpose au flux mesuré. La correction qui a été déterminée est de $1,5 \cdot 10^{-7} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ pour une pression de travail p_0 du fluxmètre autour de la pression atmosphérique. Cette étude a été réutilisée pour quantifier la pression issue des passages étanches pour les paliers de pression de travail p_0 du fluxmètre.

La valeur de l'erreur relative du flux issu des passages étanches a été calculée pour chaque valeur de pression de travail p_0 et de flux gazeux mesuré Q suivant :

$$E_{Q_{pe}} = \frac{1,5 \cdot 10^{-7} \cdot p_0}{p_{atm} \cdot Q}. \quad (6.9)$$

Nous avons constaté qu'en fonction du volume et du piston utilisés, les ordres de grandeur de cette erreur relative ne sont pas les mêmes. La moyenne de cette erreur relative est observée par volume et par piston et est prise en compte dans le bilan d'incertitude finale.

Pour des flux gazeux inférieurs à $2,0 \cdot 10^{-4} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$, l'erreur relative sur Q_{pe} est de 0,2 % et vaut 0,01 % pour des flux gazeux supérieures à cette valeur. Cette erreur relative sera additionnée à l'incertitude finale.

6.3.2 Budget d'incertitude et gamme du flux

Pour couvrir les cinq décades d'étendue de flux gazeux, des choix sur l'utilisation des pistons, des volumes et des manomètres issus des calculs préliminaires ont du être entrepris. Ils ont permis d'utiliser le fluxmètre avec la meilleure sensibilité possible et la meilleure incertitude dans chaque gamme de fonctionnement.

L'incertitude élargie relative sur la mesure du flux gazeux Q_C au niveau de la conductance est calculée à partir de la loi de propagation des variances dans l'hypothèse où toutes les composantes sont indépendantes tout en tenant compte de l'erreur relative du flux gazeux Q_{pe} :

$$\frac{U(Q_C)}{Q_C} = 2 \times \sqrt{\left(\frac{u(p_0)}{p_0}\right)^2 + \left(\frac{u(S)}{S}\right)^2 + \left(\frac{u(x_2 - x_1)}{x_2 - x_1}\right)^2 + \left(\frac{u(t_2 - t_1)}{t_2 - t_1}\right)^2 + \left(\frac{u(T)}{T}\right)^2 + \left(\frac{u(T_C)}{T}\right)^2 + \left(\frac{u(Q_{th})}{Q_C}\right)^2} + E_{Q_{pe}}. \quad (6.10)$$

Les composantes d'incertitude ont été calculées pour chaque palier de pression de travail p_0 (cf. tableau 6.6). Il en résulte deux gammes de flux gazeux limitées principalement par l'utilisation des volumes et des pistons.

TABLE 6.6 – Budget d'incertitude du fluxmètre au niveau de la conductance

| Bilan d'incertitude du fluxmètre à pression constante (Q_c en $\text{Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$) | | | | | | |
|---|-------------------------------------|-------------------------------------|--------------|----------------------------|--------------------------------|--------------------------------|
| Composantes | $Q_c < 2,0 \cdot 10^{-4}$ | $2,0 \cdot 10^{-4} < Q_c$ | Distribution | Coefficient de sensibilité | $Q_c < 2,0 \cdot 10^{-4}$ | $2,0 \cdot 10^{-4} < Q_c$ |
| | Incertitude sur la composante | | | | Incertitude type $\times Q$ | |
| Surface | $2,1 \cdot 10^{-4} \times S$ | | Normale | Q/S | $2,1 \cdot 10^{-4}$ | |
| Déplacement | $1,1 \cdot 10^{-3} \times \Delta x$ | $3,7 \cdot 10^{-4} \times \Delta x$ | Normale | $Q/\Delta x$ | $1,1 \cdot 10^{-3}$ | $3,7 \cdot 10^{-4}$ |
| Pression | $6,0 \cdot 10^{-4} \times p_0$ | | Normale | Q/p_0 | $6,0 \cdot 10^{-4}$ | |
| Tps de mesure | $1,2 \cdot 10^{-4} \times \Delta t$ | | Normale | $Q/\Delta t$ | $1,2 \cdot 10^{-4}$ | |
| Température | $1,2 \cdot 10^{-4} \times T$ | | Normale | Q/T | $1,2 \cdot 10^{-4}$ | |
| Temp. C_v | $6,8 \cdot 10^{-4} \times T$ | | Normale | Q/T | $6,8 \cdot 10^{-4}$ | |
| Flux Q_{th} | $1,0 \cdot 10^{-3} \times Q_c$ | | Normale | 1 | $1,0 \cdot 10^{-3}$ | |
| Incertitude type (u) | | | | | $1,8 \cdot 10^{-3}$ | $1,4 \cdot 10^{-3}$ |
| | | | | | Erreur relative $E_{Q_{pe}}$ | |
| Erreur relative sur le flux gazeux Q_{pe} | | | | | $1,8 \cdot 10^{-3} \times Q_c$ | $1,1 \cdot 10^{-3} \times Q_c$ |
| | | | | | $Q_c < 2,0 \cdot 10^{-4}$ | $2,0 \cdot 10^{-4} < Q_c$ |
| Incertitude élargie ($k = 2$) $2u + E_{Q_{pe}}$: | | | | | $5,3 \cdot 10^{-3}$ | $4,0 \cdot 10^{-3}$ |

L'incertitude élargie ($k = 2$) de mesure sur le flux gazeux est $U_{Q_C} = (5,3 \cdot 10^{-3} \times Q_c)$ pour $Q_c < 2,0 \cdot 10^{-4} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ et $U_{Q_C} = (4,0 \cdot 10^{-3} \times Q_c)$ pour $Q_c > 2,0 \cdot 10^{-4} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$.

6.4 Mesure de la conductance C_v

La valeur de la conductance variable C_v est déterminée de manière expérimentale. Dans les sections suivantes nous présenterons le calcul, la répétabilité et la reproductibilité à long terme puis un budget d'incertitude.

6.4.1 Calcul de la conductance

Il a été vu précédemment que la conductance se calcule suivant l'équation 3.20, or si l'on considère le flux résiduel, le calcul devient :

$$C_v = \frac{Q - Q_{res}}{p_1 - p_2}, \quad (6.11)$$

où $Q_{res} = S_{vol2} \cdot p_{res}$, avec p_{res} la pression résiduelle du dispositif. On obtient donc :

$$C_v = \frac{Q}{p_1 - p_2} - \frac{S_{vol2} \cdot p_{res}}{p_1 - p_2}, \quad (6.12)$$

De même puisque $S_{vol2} = Q/p_2$, ainsi la conductance peut s'écrire :

$$C_v = \frac{Q}{p_1 - p_2} \left(1 - \frac{p_{res}}{p_2} \right). \quad (6.13)$$

Etant donnée que la pression p_2 est supérieure à 50 μPa alors que $p_{res} \simeq 20 \text{ nPa}$, le facteur de correction $(1 - p_{res}/p_2)$ est pris égal à l'unité. Nous ne tiendrons pas compte de cette correction. Le calcul de la conductance C_v se fera suivant l'équation 3.20.

On déterminera la conductance sera déterminée en mesurant Q_C à l'aide du fluxmètre à pression constante vu précédemment et des manomètres de pressions absolues du laboratoire référencés MNA SRG2 MKS2 pour p_1 et MNA SRG2 MKS4 pour p_2 .

6.4.2 Répétabilité

La répétabilité signifie ici que, pour un positionnement donné de la vanne, on regarde sa stabilité en fonction de différentes pressions et en fonction du temps. Ce temps correspond à une semaine soit le temps pour un étalonnage. La position de la vanne est vérifiée à chaque mesure avec le codeur dont on n'a constaté d'ailleurs aucune variation de la valeur du codeur.

La première phase de l'étude est la caractérisation de la conductance. La vanne à tiroir a été positionnée de manière à obtenir un rapport de pression $R_p = p_1/p_2$ de l'ordre de 100. Des mesures ont été réalisées pour quatre paliers de la pression p_2 entre 2,0 mPa 5 mPa. Elle ont été répétées sur plusieurs jours sans modifier la position de la vanne à tiroir. Les figures 6.4 et 6.5 représente la valeur de la conductance en fonction du temps et de la pression.

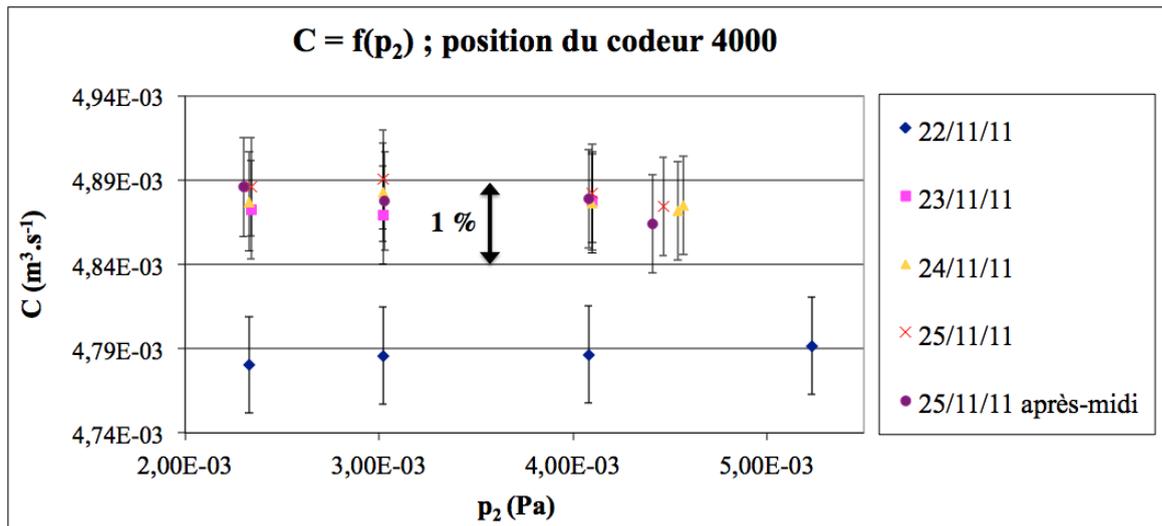


FIGURE 6.4 – Répétabilité de la conductance ($R_p \approx 100$)

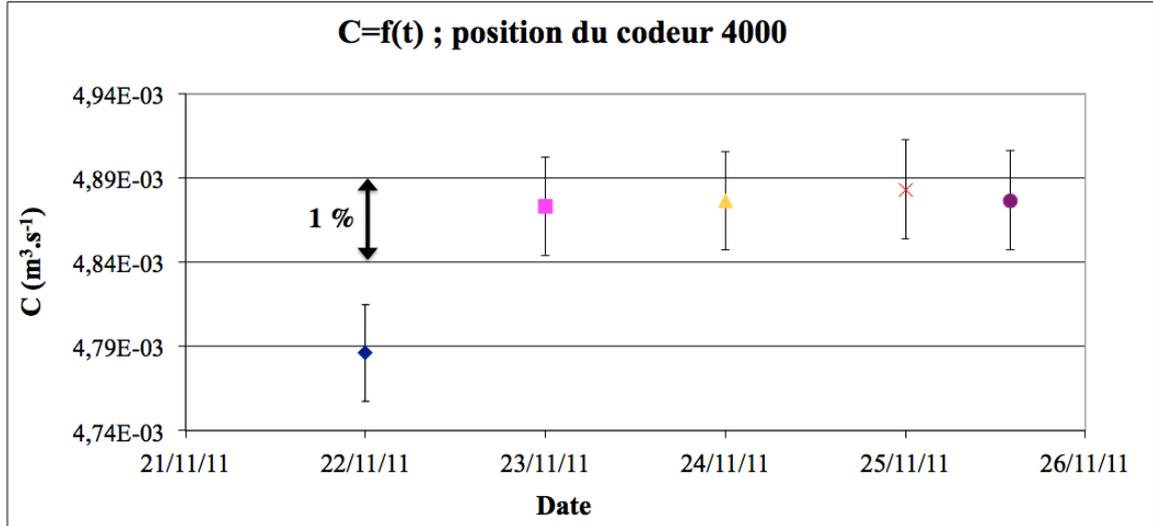
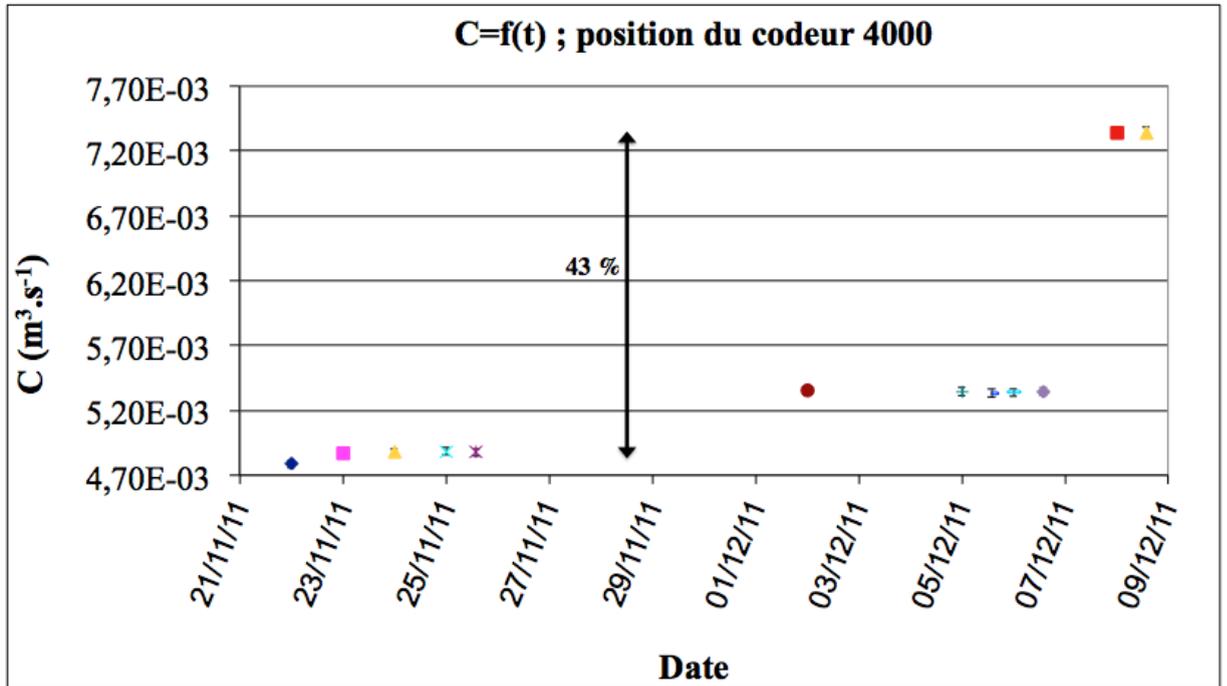


FIGURE 6.5 – Évolution de la valeur de la conductance en fonction du temps ($R_p \approx 100$)

Elles ont permis de mettre en évidence la nécessité de stabiliser le dispositif pendant un minimum de vingt-quatre heures, voire quarante huit heures. La dispersion de la conductance C_v calculée à partir des quatre paliers de pression est de l'ordre de 0,35 %. Après stabilisation, la répétabilité de la conductance sur quatre jours consécutifs est de l'ordre de 0,35 %. Par la suite, la position de la vanne de “conductance variable” a été changée à quatre reprises pour des rapports de pression de l'ordre de 85 ; 123 ; 100 et 190. Sur chaque position, nous obtenons des répétabilités sur la conductance équivalente à celles des premières mesures soit 0,35 %. Cette répétabilité sera prise en compte dans le budget d'incertitude de la détermination de la conductance.

6.4.3 Reproductibilité à long terme

Les études précédentes [6] ont montré que la reproductibilité du placement de la vanne avec le vernier était insuffisante. C'est pourquoi il a été choisi d'utiliser un codeur angulaire à détection optique sur 13 bits soit 8192 pas par tour sur 4096 tours. La reproductibilité à long terme (ou reproductibilité de positionnement ou fidélité de positionnement) signifie ici l'observation de la stabilité de la vanne après

FIGURE 6.6 – Reproductibilité à long terme ($R_p = 100$)

une ouverture complète de celle-ci et un re-positionnement selon la valeur affichée du codeur. Nous avons replacé la vanne à tiroir sur la valeur indiquée par le codeur (4000) à des instants différents. La figure 6.6 représente la répétabilité à long terme de trois repositionnements sur une valeur lue du codeur de 4000 :

Il a été constaté que pour trois repositionnements identiques de la vanne à tiroir, la valeur de conductance C_v peut différer jusqu'à 43 %. Il ne sera donc pas possible d'utiliser l'indication du codeur angulaire pour obtenir fidèlement la conductance souhaitée : lors de la mise en œuvre de l'expansion continue, la vanne de "conductance variable" sera mise en place en mesurant le rapport de pression p_1/p_2 pour un rapport de l'ordre de 100. Puis elle ne sera plus modifiée tout au cours de l'étalonnage.

6.4.4 Budget d'incertitudes

Nous avons vu que la détermination de la conductance se calcule avec l'équation 3.20. Cependant, la détermination de celle-ci nécessite de prendre en compte la dépendance de certaines composantes. Puisque les moyens de mesure du flux gazeux

et des pressions sont indépendants, nous ne tenons pas compte d'une corrélation sur les composantes de pression et de flux gazeux. En revanche, les instruments de mesure des pressions p_1 et p_2 (manomètres MNA SRG2 MKS2 et MNA SRG2 MKS4) sont étalonnés tous les deux par comparaison directe avec le manomètre CDG-1. Les valeurs de p_1 et p_2 sont donc corrélées.

L'incertitude-type relative, sur la détermination de la conductance à partir de la loi de propagation des variances est donc

$$\left(\frac{u_c}{C}\right)^2 = \left(\frac{S_c}{C}\right)^2 + \left(\frac{u_{Q_c}}{Q_c}\right)^2 + \left(\frac{u_{p_1}}{p_1 - p_2}\right)^2 + \left(\frac{u_{p_2}}{p_1 - p_2}\right)^2 - 2 \times \frac{u_{p_1} u_{p_2}}{(p_1 - p_2)^2} \times r(p_1; p_2), \quad (6.14)$$

où S_c est l'écart-type de répétabilité, u_{p_1} et u_{p_2} sont les incertitudes type des étalons de pressions et $r(p_1; p_2)$ est le coefficient de corrélation des composantes de pression.

Le flux gazeux Q_C

L'incertitude du flux gazeux a été déterminée pour deux gammes de flux. La section 6.3.2 décrit l'incertitude associée. Or, nous avons vu au chapitre 6 que la conductance est déterminée pour des pressions inférieures à $4,0 \cdot 10^{-2}$ Pa dans Vol-1. Ce palier de pression correspond à la limite théorique de $2,0 \cdot 10^{-4}$ Pa.m³.s⁻¹ pour les incertitudes du flux gazeux (*cf.* tableau 6.6). Nous choisirons l'incertitude-type élargie la plus pénalisante soit

$$U_{Q_c} = 5,3 \cdot 10^{-3} \times Q_c. \quad (6.15)$$

Les manomètres à bille tournante

La mesure de la pression dans le volume Vol-1 et dans le volume Vol-2 est effectuée avec les manomètres à bille tournante du laboratoire (MNA SRG2 MKS2 et MNA SRG2 MKS4). L'incertitude associée à ces étalons se compose des incertitudes de type A, de type B, et de corrections non appliquées pour les écarts au modèle compris entre 1 Pa et 10 Pa qui s'additionnent à l'incertitude élargie. Cette correction non

appliquée n'est pas prise en compte car les mesures de pressions ne dépassent pas 0,5 Pa.

Pour la pression p_1 mesurée dans le volume 1, à l'aide du manomètre MNA SRG2 MKS2 l'incertitude-type composée est :

$$u_{p_1} = 4,5 \cdot 10^{-6} \text{ Pa} + 1,8 \cdot 10^{-3} \times p. \quad (6.16)$$

Pour la mesure de pression p_2 dans le volume 2, avec le manomètre MNA SRG2 MKS4 l'incertitude-type composée vaut :

$$u_{p_2} = 5,6 \cdot 10^{-6} \text{ Pa} + 5,4 \cdot 10^{-3} \times p. \quad (6.17)$$

Coefficient de corrélation $r(p_1; p_2)$

Une étude graphique sur deux positions différentes de la vanne V_{c_v} montre que le coefficient de corrélation, noté $r(p_1; p_2)$ entre la pression p_1 et la pression p_2 est de l'ordre de 1. De plus, en utilisant la fonction Excel "COEFFICIENT.CORRELATION" nous trouvons le même résultat. Étant donnée la dépendance des manomètres MNA SRG2 MKS2 et MNA SRG2 MKS4 ce résultat était prévisible. Les manomètres MNA SRG2 MKS2 et MNA SRG2 MKS4, sont étalonnés par comparaison directe avec le manomètre CDG-1.

Répétabilité

Les mesures de la conductance ont été réalisées pour différents paliers de pression p_1 et p_2 . Étant donnée la stabilité de la conductance en régime moléculaire, il est raisonnable de calculer une répétabilité. Pour obtenir les écarts-types expérimentaux, nous avons utilisé la fonction Excel "ECARTYPE". Cette fonction part de l'hypothèse que les arguments ne représentent qu'un échantillon de la population et vaut :

$$S = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{(n - 1)}}. \quad (6.18)$$

Nous avons multiplié cet écart-type par un coefficient de Student pour être plus représentatif au vu du nombre faible de points.

Bilan de l'incertitude

L'incertitude globale est établie à partir des valeurs de chaque palier de flux gazeux (et donc de pressions), afin d'optimiser chacune des composantes liée à l'incertitude. Les composantes les plus importantes sont la répétabilité de l'ordre de 0,35 % et l'incertitude-type sur la mesure du flux gazeux. L'incertitude-type composée pour la détermination de la conductance est de $u_c = 5,0 \cdot 10^{-3} \times C_v$ soit l'incertitude relative élargie ($k = 2$) U_c de $1,0 \cdot 10^{-2}$.

La figure 6.7 présente les différentes contributions de l'incertitude-type composée $(u_c/C)^2$ à travers la loi de propagation des variances.

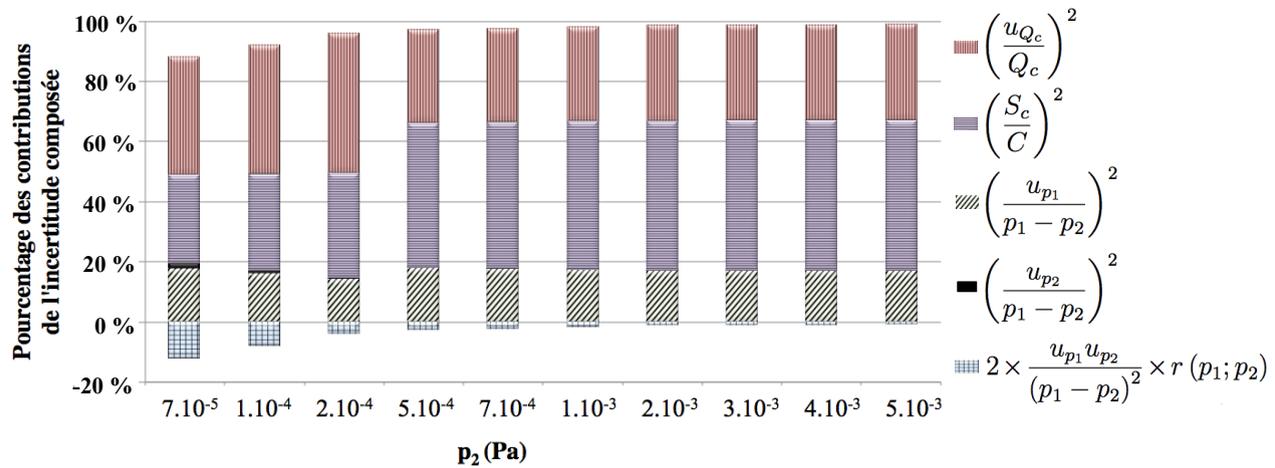


FIGURE 6.7 – Contributions de l'incertitude composée de u_c

Chacune des composantes de l'équation 6.14 est représentées en pourcentage de l'incertitude finale. Le terme de corrélation est représenté en négatif car il est soustrait à l'incertitude finale.

6.5 Détermination du rapport de pressions $R_p = p_1/p_2$

Nous avons vu au chapitre 6 que le rapport de pressions est propre à l'installation et nécessite d'être mesuré pour des pressions relativement élevées. En effet, pour des mesures inférieures de 0,1 mPa la stabilité des manomètres n'est pas acceptable car la répétabilité des mesures est de l'ordre de 5 %. Le rapport de pressions est mesuré pour des valeurs comprises entre 0,5 Pa et 2,0 mPa.

La définition de l'incertitude du rapport de pression est relativement simple. Cependant, celle-ci nécessite de prendre en compte la dépendance de certaines composantes entre elles. Les manomètres MNA SRG2 MKS2 et MNA SRG2 MKS4, sont étalonnés par comparaison directe avec le manomètre CDG-1. Le coefficient de corrélation entre la pression p_1 et p_2 est pris égal à l'unité (*cf.* section 6.4.4).

Ainsi l'incertitude-type relative, sur la détermination de la conductance à partir de la loi de propagation des variances est :

$$\left(\frac{u_R}{R}\right)^2 = \left(\frac{S_R}{R}\right)^2 + \left(\frac{u_{p_1}}{p_1}\right)^2 + \left(\frac{u_{p_2}}{p_2}\right)^2 - 2 \cdot \left(\frac{u_{p_1}}{p_1}\right) \cdot \left(\frac{u_{p_2}}{p_2}\right) \cdot r(p_1; p_2). \quad (6.19)$$

Les composantes liées à la mesure indirecte du rapport de pressions sont identiques à celles de la section précédente. Le coefficient de corrélation entre la pression p_1 et p_2 est de l'ordre de 1. La composante d'incertitude prépondérante est l'incertitude de type A. Cette incertitude est estimée sur un ensemble de valeurs, qui est majorée par un coefficient de student.

L'incertitude-type composée pour la détermination du rapport de pression est $u_{R_p} = 4,0 \cdot 10^{-3} \times R_p$ soit une incertitude relative élargie ($k = 2$) sur R_p de $8,0 \cdot 10^{-3}$.

Chapitre 7

La pression de référence

Dans le chapitre précédent nous venons de définir toutes les composantes nécessaires à la mesure de la pression de référence par expansion continue. Nous rappellerons dans ce chapitre la détermination de la pression de référence puis nous établirons son bilan d'incertitude. Enfin, une comparaison avec la méthode actuelle nommée “méthode d'extrapolation” est effectuée afin de mettre en évidence d'éventuels écarts entre les deux méthodes.

7.1 Détermination de la pression de référence p_{ref}

La pression de référence par la méthode de l'expansion continue est définie par :

$$p_{ref} = \frac{Q_c}{C_v \cdot (R_p - 1)}. \quad (7.1)$$

Cette section a pour objectif l'estimation l'incertitude associée à chacune de ces composantes, selon les recommandations du *Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure* (GUM) [22].

De même que pour l'estimation des incertitudes de C_v et R_p , regardons la dépendance des composantes qui constituent la pression de référence. La conductance C_v est déterminée avec la mesure de flux Q_c et les mesures de pressions. Nous allons étudier si une corrélation existe entre le flux gazeux Q et la conductance C_v . De plus, compte tenu du principe de la méthode, nous posons l'hypothèse qu'il n'y a

pas de corrélation entre le flux gazeux Q_c et le rapport de pression R_p . Pour finir, l'élément matériel qui est la vanne de "conductance variable", définit les valeurs de conductance C_v et du rapport de pression R_p . Nous analyserons s'il existe ou non une corrélation entre ces deux composantes.

D'après la loi de propagation des variances, l'incertitude de relative est :

$$\frac{u_{p_{ref}}}{p_{ref}} = \sqrt{\left(\frac{u_c}{C}\right)^2 + \left(\frac{u_{Q_c}}{Q_c}\right)^2 + \left(\frac{u_{R_p}}{R_p - 1}\right)^2 + C_{corrél_1} + C_{corrél_2} + C_{corrél_3}}, \quad (7.2)$$

avec

$$C_{corrél_1} = -2 \times \left(\frac{u_c}{C}\right) \times \left(\frac{u_{Q_c}}{Q_c}\right) \times r(Q_c; C_v), \quad (7.3)$$

$$C_{corrél_2} = 2 \times \left(\frac{u_c}{C}\right) \times \left(\frac{u_{R_p}}{R_p - 1}\right) \times r(C_v; R_p), \quad (7.4)$$

et

$$C_{corrél_3} = -2 \times \left(\frac{u_{Q_c}}{Q_c}\right) \times \left(\frac{u_{R_p}}{R_p - 1}\right) \times r(Q_c; R_p). \quad (7.5)$$

Regardons en détail les différents termes.

Dépendance de la conductance C_v et du flux gazeux Q_c

L'étude de la corrélation en entre la conductance C_v et du flux gazeux Q_c est effectuée graphiquement, la figure 7.1 représente un nuage de points.

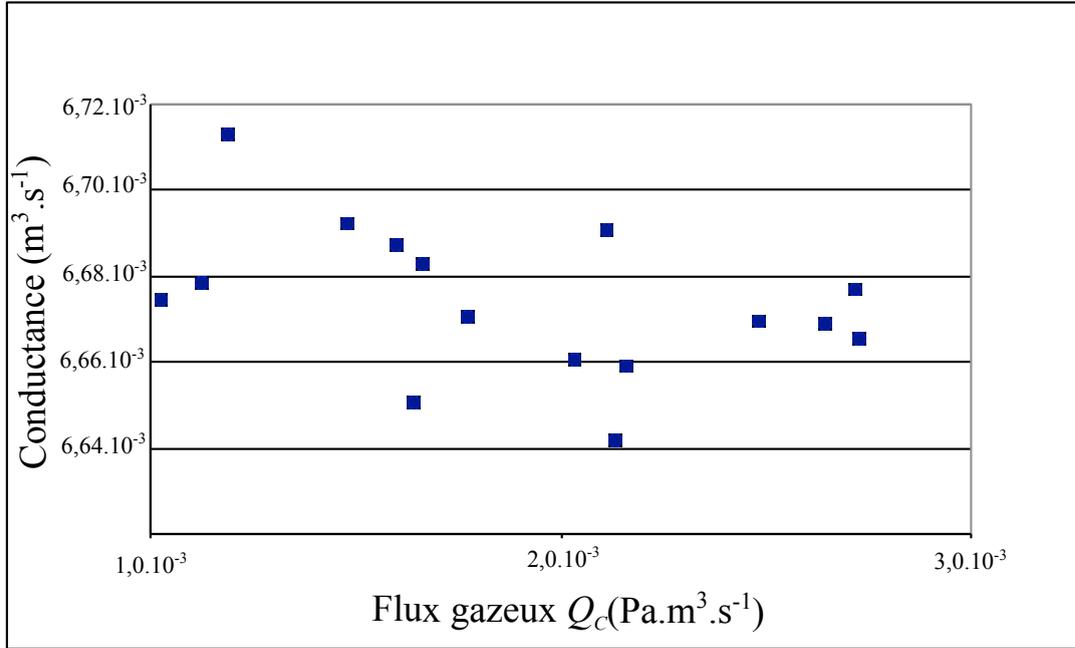


FIGURE 7.1 – Analyse du coefficient de corrélation entre le flux gazeux Q_c et la conductance C_v

Pour plus de visibilité les barres d'incertitude ne sont pas représentées. L'incertitude de la conductance est de l'ordre 1 %.

La corrélation associée à ce graphique est de l'ordre de zéro. En effet nous n'observons aucune liaison entre les deux paramètres. De plus, nous avons effectué cette démarche pour deux positions différentes de la vanne V_{C_v} , donc pour deux valeurs de conductance le résultat est le même : la corrélation proche de zéro. Nous avons aussi utilisé la fonction excel "COEFFICIENT.CORRELATION" pour observer la corrélation par palier de flux gazeux. Les coefficients de corrélation obtenues sont tous différents. Cela confirme qu'il n'y a aucune liaison entre le flux gazeux Q_c et la conductance C_v . A partir de cette étude nous en déduisons $C_{corrél_1} = 0$.

Dépendance du rapport de pression R_p et de la conductance C_v

Nous avons effectué la même analyse graphique qu'au paragraphe précédent pour déterminer la corrélation entre R_p et C_v . Pour deux rapports de pressions différents ($R_p = 80$ et $R_p = 106$), le coefficient de corrélation est dispersé entre -0,9 et +0,8.

Nous considérerons le pire des cas soit un coefficient de corrélation égal à +1. Soit $C_{corrél_2} = 2 \times \left(\frac{u_c}{C}\right) \times \left(\frac{u_{R_p}}{R_p-1}\right)$.

Dépendance du rapport de pression R_p et du flux gazeux Q_c

Toujours à l'aide d'une étude graphique nous observons la non dépendance de ces composantes. En effet, comme nous le supposions au début de ce chapitre les moyens de mesure de flux gazeux et les manomètres n'ont aucun lien. Ainsi $C_{corrél_3} = 0$.

Le flux gazeux Q_c , La conductance C_v et le rapport de pression R_p

Les composantes d'incertitudes sur le flux gazeux Q_c , la conductance C_v et le rapport de pression R_p établies au chapitre 6 sont récapitulées ci-dessous.

L'incertitude relative élargie du flux gazeux Q_c est la même qu'à la section 6.4 suivant l'équation 6.15 soit :

$$U_{Q_c} = 5,3 \cdot 10^{-3} \times Q_c.$$

L'incertitude relative élargie de la conductance est (*cf.* section 6.4) soit :

$$U_c = 1,0 \cdot 10^{-2} \times C_v. \quad (7.6)$$

Et enfin, l'incertitude relative du rapport de pression est (*cf.* section 6.5) soit :

$$U_{R_p} = 8,0 \cdot 10^{-3} \times R_p. \quad (7.7)$$

La pression résiduelle

La pression de référence p_{ref} est définie par l'équation 7.1. Cependant, nous ne tenons pas compte de la pression résiduelle p_{res} à l'intérieur du dispositif qu'il faut soustraire à l'expression de la pression de référence et devient donc :

$$p_{ref} = \frac{Q_c}{C_v \cdot (R - 1)} - p_{res}. \quad (7.8)$$

De plus, nous avons montré au chapitre 6 que la détermination de la pression résiduelle est assez complexe. Notre connaissance de la pression résiduelle (appelée aussi pression limite) dépend de la méthode utilisée. La pression résiduelle déterminée avec la méthode d'accroissement de pression (*cf.* section 6.1.3) est de l'ordre de $2 \cdot 10^{-8}$ Pa. En revanche, la pression résiduelle observée sur les manomètres à cathode chaude est de l'ordre de $2 \cdot 10^{-7}$ Pa. Cette valeur élevée peut être due à un offset des manomètres. A ce jour, l'étude et la qualification d'un spectromètre de masse sont en cours. La difficulté d'établir une valeur de la pression résiduelle ne permet pas d'effectuer de corrections. Si on considère que la pression résiduelle est inférieure à la valeur mesurée avec les manomètres à cathode chaude soit $p_{res} < 2 \cdot 10^{-7}$ Pa, le manque de connaissance de la pression résiduelle est inclu dans l'incertitude finale en tant que correction non appliquée $e_{p_{res}} = 1,0 \cdot 10^{-7}$ Pa.

Bilan de l'incertitude

L'incertitude relative sur la détermination de la pression de référence à partir de la loi de propagation des variances est :

$$\left(\frac{u_{p_{ref}}}{p_{ref}}\right)^2 = \left(\frac{u_c}{C}\right)^2 + \left(\frac{u_{Q_c}}{Q_c}\right)^2 + \left(\frac{u_{R_p}}{R_p - 1}\right)^2 + 2 \times \left(\frac{u_c}{C}\right) \cdot \left(\frac{u_{R_p}}{R_p - 1}\right). \quad (7.9)$$

A cette incertitude sera ajoutée la correction non appliquée de la pression résiduelle. Le terme de corrélation entre la conductance et le rapport de pressions est prépondérant, de l'ordre de 45 % sur la variance relative de p_{ref} . La figure 7.2 représente les contributions de tous les termes qui composent la variance relative de p_{ref} .

L'incertitude-type composée sur la mesure de la pression de référence est de :

$$u_{p_{ref}} = 1,0 \cdot 10^{-2} \times p_{ref}, \quad (7.10)$$

soit une incertitude élargie ($k = 2$) à laquelle nous ajoutons la correction non appliquée :

7.2. COMPARAISON DE LA MÉTHODE DE L'EXPANSION CONTINUE AVEC LA MÉTHODE ACTUELLE D'EXTRAPOLATION

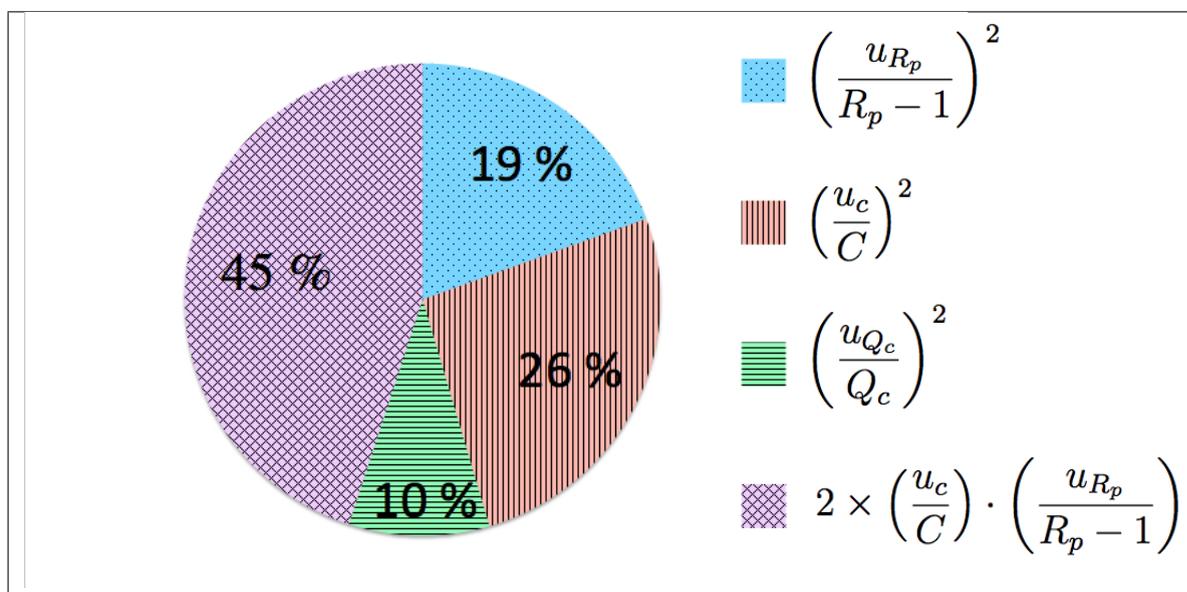


FIGURE 7.2 – Contribution des variances relatives sur p_{ref} .

$$U_{p_{ref}} = 1,0 \cdot 10^{-7} \text{ Pa} + 2,0 \cdot 10^{-2} \times p_{ref}. \quad (7.11)$$

La pente sur l'incertitude passe de $5,0 \cdot 10^{-2} \times P_r$ (cf. l'équation 2.7) à $2,0 \cdot 10^{-2} \times p_{ref}$. L'objectif est donc atteint.

Nous venons de définir la pression de référence et d'établir son incertitude. Dans la section suivante la méthode de l'expansion continue est comparée avec la méthode actuelle d'extrapolation.

7.2 Comparaison de la méthode de l'expansion continue avec la méthode actuelle d'extrapolation

L'un des manomètres connecté au volume Vol-2 pour la mise en place de la méthode par expansion continue est un manomètre à cathode chaude, le MNA BA-GP370-2. Il a été étalonné au préalable avec la méthode d'extrapolation. Nous présenterons alors la méthode appliquée actuellement au laboratoire. Enfin, les mesures réalisées avec ce manomètre permettront de comparer la méthode actuelle d'extrapolation avec la méthode par expansion continue.

7.2. COMPARAISON DE LA MÉTHODE DE L'EXPANSION CONTINUE AVEC LA MÉTHODE ACTUELLE D'EXTRAPOLATION

Méthode d'extrapolation

L'étalonnage, qui a été réalisé en juillet 2012, permet de raccorder métrologiquement les couples de manomètres à bille tournante et à cathode chaude. Après l'installation de tous les manomètres (six manomètres au total) sur le volume Vol-1 de l'enceinte XHV-RIBER, l'ensemble est mis en pompage turbo-moléculaire et étuvé pendant au moins une semaine. Les manomètres à cathode chaude sont dégazés. Lors de ce raccordement, les manomètres à bille tournante sont étalonnés par rapport au manomètre à membrane capacitive CDG-1 et dans la continuité trois cycles d'étalonnages de quatre points par décade de pressions croissantes sont réalisés entre 4.10^{-7} Pa et 2.10^{-3} Pa pour les manomètres à ionisation.

Le coefficient K des manomètres à cathode chaude est déterminé à chaque cycle suivant la méthode décrite dans la section 2.4 par comparaison au manomètre à bille tournante qui lui est associé. La pression de référence $P_{réf_{HCG}}$ associée au manomètre à cathode chaude est calculée suivant l'équation 2.7 :

$$P_{réf_{HCG}} = P_{HCG} \times K. \quad (7.12)$$

où P_{HCG} est la valeur moyenne de pression lue du manomètre pour chaque palier de pression.

La pression de référence $P_{Ractuelle}$ de la méthode d'extrapolation est pour chaque palier de pression la moyenne des pressions de référence de trois manomètres à cathode chaude, noté $P_{réf_{HCGi}}$:

$$P_{Ractuelle} = \frac{1}{3} \cdot \sum_{i=1}^3 \cdot P_{réf_{HCGi}}. \quad (7.13)$$

Ainsi, pour un manomètre à étalonner, l'écart est défini par la différence entre la pression de référence associée à un manomètre $P_{réf_{HCGi}}$ et la pression $P_{Ractuelle}$.

L'incertitude sur la détermination des écarts se compose de trois incertitudes-types, celle sur la pression de référence, celle sur la résolution et l'incertitude de type A (les écarts-types expérimentaux). L'incertitude élargie ($k = 2$) sur la pression de référence est l'incertitude déclarée par le laboratoire au BIPM. Il s'agit des CMC :

7.2. COMPARAISON DE LA MÉTHODE DE L'EXPANSION CONTINUE AVEC LA MÉTHODE ACTUELLE D'EXTRAPOLATION

$$U_{P_{R_{actuelle}}} = 1,0 \cdot 10^{-7} \text{ Pa} + 5,0 \cdot 10^{-2} \times P_{R_{actuelle}}. \quad (7.14)$$

L'écart-type est l'écart-type expérimental calculé à partir des écarts sur les trois cycles de mesure (ici non corrigé du coefficient de Student). L'incertitude sur la résolution est calculée pour chaque palier de pressions et suit une loi de distribution rectangulaire. L'incertitude-type la plus importante est celle liée à la pression de référence. Le tableau 7.1 ci-dessous présente les valeurs obtenues suite à l'étalonnage du manomètre à cathode chaude MNA BA-GP370-2 par la méthode d'extrapolation sur trois cycles, ici $P_{réf_{HCG}} = P_{réf_{370}}$:

TABLE 7.1 – Méthode actuelle par comparaison circulaire

| Manomètre identifié MNA BA GP370-2 | | | | | |
|---|--|----------------------------|---------------------------------------|---|---|
| $P_{R_{actuelle}}$ (Pa) | $P_{réf_{370}}$ (Pa) | Écart-type (Pa) | Écart-type relatif (%) | Écart $P_{réf_{370}} - P_{R_{actuelle}}$ (Pa) | Écart relatif $(P_{réf_{370}} - P_{R_{actuelle}}) / P_{R_{actuelle}}$ (%) |
| 1,18.10 ⁻⁶ | 1,39.10 ⁻⁶ | 4,1.10 ⁻⁸ | 3,5 | 2,10.10 ⁻⁷ | 18 |
| 2,15.10 ⁻⁶ | 2,34.10 ⁻⁶ | 4,0.10 ⁻⁸ | 1,9 | 1,87.10 ⁻⁷ | 8,7 |
| 5,10.10 ⁻⁶ | 5,25.10 ⁻⁶ | 5,2.10 ⁻⁸ | 1,0 | 1,52.10 ⁻⁷ | 3,0 |
| 7,50.10 ⁻⁶ | 7,63.10 ⁻⁶ | 5,3.10 ⁻⁸ | 0,71 | 1,24.10 ⁻⁷ | 1,6 |
| 1,03.10 ⁻⁵ | 1,05.10 ⁻⁵ | 6,6.10 ⁻⁸ | 0,64 | 1,35.10 ⁻⁷ | 1,3 |
| 1,80.10 ⁻⁵ | 1,82.10 ⁻⁵ | 1,7.10 ⁻⁷ | 0,92 | 1,69.10 ⁻⁷ | 0,9 |
| 4,98.10 ⁻⁵ | 5,02.10 ⁻⁵ | 2,8.10 ⁻⁷ | 0,57 | 4,63.10 ⁻⁷ | 0,9 |
| 7,10.10 ⁻⁵ | 7,16.10 ⁻⁵ | 3,0.10 ⁻⁷ | 0,42 | 5,38.10 ⁻⁷ | 0,8 |
| 1,06.10 ⁻⁴ | 1,07.10 ⁻⁴ | 8,3.10 ⁻⁷ | 0,78 | 9,39.10 ⁻⁷ | 0,9 |
| 1,83.10 ⁻⁴ | 1,83.10 ⁻⁴ | 4,9.10 ⁻⁷ | 0,27 | 6,30.10 ⁻⁷ | 0,3 |
| 4,86.10 ⁻⁴ | 4,86.10 ⁻⁴ | 1,8.10 ⁻⁶ | 0,37 | 2,03.10 ⁻⁷ | 0,0 |
| 6,93.10 ⁻⁴ | 6,94.10 ⁻⁴ | 2,8.10 ⁻⁶ | 0,40 | 1,11.10 ⁻⁶ | 0,2 |
| 1,01.10 ⁻³ | 1,01.10 ⁻³ | 2,3.10 ⁻⁶ | 0,22 | 7,04.10 ⁻⁷ | 0,1 |

Comparaison des méthodes

Pour réaliser une comparaison entre les deux méthodes, nous effectuons une opération qui ramène les valeurs de pressions $P_{réf_{HCG}}$ du manomètre aux conditions de l'expansion continue. En effet, les valeurs $P_{réf_{HCG}}$ ont été obtenues il y a quelque mois en juillet 2012. Pour s'affranchir de la dérive du coefficient K , il faut donc les ramener aux conditions de mesures de l'étalonnage, effectuées en octobre 2012,

7.2. COMPARAISON DE LA MÉTHODE DE L'EXPANSION CONTINUE AVEC LA MÉTHODE ACTUELLE D'EXTRAPOLATION

par la méthode de l'expansion continue. Cette opération consiste à diviser la valeur $P_{réf370}$ du manomètre MNA BA-GP370-2 du tableau 7.1 par le coefficient K obtenu pendant l'étalonnage par expansion continue. Les valeurs de pression de la méthode d'extrapolation, notées $P_{370 R_X}$ sont ramenées à l'expansion continue pour deux positions différentes de la vanne V_{c_v} , soit deux rapports de pression différents, noté R_X :

$$P_{370 R_X} = \frac{P_{réf370}}{K}. \quad (7.15)$$

Calculons maintenant les écarts entre la pression ramenée à la méthode de l'expansion continue et la pression de référence par la méthode actuelle. Ces écarts sont notés E_1 (avec $E_1 = P_{370 R_{81}} - P_{Ractuelle}$) et E_2 (avec $E_2 = P_{370 R_{106}} - P_{Ractuelle}$) respectivement pour les rapport de pression $R_p \approx 81$ et $R_p \approx 106$. Les incertitudes sur l'écart sont calculées suivant la description précédente, soit la somme quadratique de l'incertitude-type due à la pression de référence, l'incertitude-type due à la résolution et les répétabilités expérimentales (la répétabilité est définie par les écarts-types qui ont été multipliés par un coefficient de student de 1,24 correspondant à un échantillon de trois valeurs). Les tableaux 7.2 et 7.3 ci-dessous présentent les valeurs $P_{370 R_X}$ ramenées aux conditions de l'expansion continue.

7.2. COMPARAISON DE LA MÉTHODE DE L'EXPANSION CONTINUE AVEC LA MÉTHODE ACTUELLE D'EXTRAPOLATION

TABLE 7.2 – Méthode d'extrapolation ramenée à l'expansion continue pour un rapport $R_p \approx 81$

| Méthode d'extrapolation GP370-2 ramenée à l'Exp.Con. $K = 0,953$ | | | | | | | |
|--|-----------------------|----------------------|---------------------------------|---|--|---|-----|
| $P_{R \text{ actuelle}}$ (Pa) | $P_{370 R81}$ (Pa) | Répétabilité (Pa) | Répétabilité relative (%) | Écart $E_1 = P_{370 R81} - P_{R \text{ actuelle}}$ (Pa) | Écart relatif $E_1 / P_{R \text{ actuelle}}$ (%) | Incertitude sur l'écart E_1 ($k=2$) | |
| | | | | | | (Pa) | (%) |
| 1,18.10 ⁻⁶ | 1,45.10 ⁻⁶ | 5,2.10 ⁻⁸ | 4,4 | 2,78.10 ⁻⁷ | 24 | 1,9.10 ⁻⁷ | 16 |
| 2,15.10 ⁻⁶ | 2,45.10 ⁻⁶ | 5,4.10 ⁻⁸ | 2,5 | 3,02.10 ⁻⁷ | 14 | 2,3.10 ⁻⁷ | 11 |
| 5,10.10 ⁻⁶ | 5,51.10 ⁻⁶ | 6,9.10 ⁻⁸ | 1,3 | 4,10.10 ⁻⁷ | 8,0 | 3,8.10 ⁻⁷ | 7,5 |
| 7,50.10 ⁻⁶ | 8,00.10 ⁻⁶ | 7,5.10 ⁻⁸ | 1,0 | 5,00.10 ⁻⁷ | 6,7 | 5,0.10 ⁻⁷ | 6,6 |
| 1,03.10 ⁻⁵ | 1,10.10 ⁻⁵ | 7,8.10 ⁻⁸ | 0,75 | 6,52.10 ⁻⁷ | 6,3 | 6,4.10 ⁻⁷ | 6,2 |
| 1,80.10 ⁻⁵ | 1,91.10 ⁻⁵ | 1,8.10 ⁻⁷ | 1,0 | 1,07.10 ⁻⁶ | 5,9 | 1,1.10 ⁻⁶ | 5,9 |
| 4,98.10 ⁻⁵ | 5,27.10 ⁻⁵ | 2,6.10 ⁻⁷ | 0,52 | 2,94.10 ⁻⁶ | 5,9 | 2,6.10 ⁻⁶ | 5,3 |
| 7,10.10 ⁻⁵ | 7,51.10 ⁻⁵ | 2,6.10 ⁻⁷ | 0,37 | 4,07.10 ⁻⁶ | 5,7 | 3,7.10 ⁻⁶ | 5,2 |
| 1,06.10 ⁻⁴ | 1,12.10 ⁻⁴ | 1,2.10 ⁻⁶ | 1,1 | 6,21.10 ⁻⁶ | 5,9 | 5,9.10 ⁻⁶ | 5,6 |
| 1,83.10 ⁻⁴ | 1,92.10 ⁻⁴ | 9,4.10 ⁻⁷ | 0,51 | 9,67.10 ⁻⁶ | 5,3 | 9,4.10 ⁻⁶ | 5,2 |
| 4,86.10 ⁻⁴ | 5,10.10 ⁻⁴ | 2,4.10 ⁻⁶ | 0,48 | 2,42.10 ⁻⁵ | 5,0 | 2,5.10 ⁻⁵ | 5,1 |
| 6,93.10 ⁻⁴ | 7,28.10 ⁻⁴ | 3,4.10 ⁻⁶ | 0,50 | 3,53.10 ⁻⁵ | 5,1 | 3,5.10 ⁻⁵ | 5,1 |
| 1,01.10 ⁻³ | 1,06.10 ⁻³ | 4,0.10 ⁻⁶ | 0,40 | 5,04.10 ⁻⁵ | 5,0 | 5,1.10 ⁻⁵ | 5,1 |

TABLE 7.3 – Méthode d'extrapolation ramenée à l'expansion continue pour un rapport $R_p \approx 106$

| Méthode d'extrapolation GP370-2 ramenée à l'Exp.Con. $K = 0,962$ | | | | | | | |
|--|------------------------|----------------------|---------------------------------|--|--|---|-----|
| $P_{R \text{ actuelle}}$ (Pa) | $P_{370 R106}$ (Pa) | Répétabilité (Pa) | Répétabilité relative (%) | Écart $E_2 = P_{370 R106} - P_{R \text{ actuelle}}$ (Pa) | Écart relatif $E_2 / P_{R \text{ actuelle}}$ (%) | Incertitude sur l'écart E_2 ($k=2$) | |
| | | | | | | (Pa) | (%) |
| 1,18.10 ⁻⁶ | 1,44.10 ⁻⁶ | 5,2.10 ⁻⁸ | 4,4 | 2,64.10 ⁻⁷ | 23 | 1,9.10 ⁻⁷ | 16 |
| 2,15.10 ⁻⁶ | 2,43.10 ⁻⁶ | 5,4.10 ⁻⁸ | 2,5 | 2,79.10 ⁻⁷ | 13 | 2,3.10 ⁻⁷ | 11 |
| 5,10.10 ⁻⁶ | 5,46.10 ⁻⁶ | 6,9.10 ⁻⁸ | 1,3 | 3,59.10 ⁻⁷ | 7,0 | 3,8.10 ⁻⁷ | 7,5 |
| 7,50.10 ⁻⁶ | 7,93.10 ⁻⁶ | 7,5.10 ⁻⁸ | 1,0 | 4,25.10 ⁻⁷ | 5,7 | 5,0.10 ⁻⁷ | 6,6 |
| 1,03.10 ⁻⁵ | 1,09.10 ⁻⁵ | 7,8.10 ⁻⁸ | 0,75 | 5,49.10 ⁻⁷ | 5,3 | 6,4.10 ⁻⁷ | 6,2 |
| 1,80.10 ⁻⁵ | 1,89.10 ⁻⁵ | 1,8.10 ⁻⁷ | 1,0 | 8,87.10 ⁻⁷ | 4,9 | 1,1.10 ⁻⁶ | 5,9 |
| 4,98.10 ⁻⁵ | 5,22.10 ⁻⁵ | 2,6.10 ⁻⁷ | 0,52 | 2,45.10 ⁻⁶ | 4,9 | 2,6.10 ⁻⁶ | 5,3 |
| 7,10.10 ⁻⁵ | 7,44.10 ⁻⁵ | 2,6.10 ⁻⁷ | 0,37 | 3,36.10 ⁻⁶ | 4,7 | 3,7.10 ⁻⁶ | 5,2 |
| 1,06.10 ⁻⁴ | 1,11.10 ⁻⁵ | 1,2.10 ⁻⁶ | 1,1 | 5,16.10 ⁻⁶ | 4,9 | 5,9.10 ⁻⁶ | 5,6 |
| 1,83.10 ⁻⁴ | 1,91.10 ⁻⁵ | 9,4.10 ⁻⁷ | 0,51 | 7,87.10 ⁻⁶ | 4,3 | 9,4.10 ⁻⁶ | 5,2 |
| 4,86.10 ⁻⁴ | 5,05.10 ⁻⁵ | 2,4.10 ⁻⁶ | 0,48 | 1,94.10 ⁻⁵ | 4,0 | 2,5.10 ⁻⁵ | 5,1 |
| 6,93.10 ⁻⁴ | 7,21.10 ⁻⁵ | 3,4.10 ⁻⁶ | 0,50 | 2,85.10 ⁻⁵ | 4,1 | 3,5.10 ⁻⁵ | 5,1 |
| 1,01.10 ⁻³ | 1,05.10 ⁻³ | 4,0.10 ⁻⁶ | 0,40 | 4,05.10 ⁻⁵ | 4,0 | 5,1.10 ⁻⁵ | 5,1 |

Les valeurs du manomètre MNA BA-GP370-2 obtenues par la méthode actuelle sont ramenées aux mêmes conditions expérimentales que pour la méthode de l'expansion continue.

7.2. COMPARAISON DE LA MÉTHODE DE L'EXPANSION CONTINUE AVEC LA MÉTHODE ACTUELLE D'EXTRAPOLATION

sion continue. Nous pouvons donc comparer les deux méthodes. Les tableaux 7.4 et 7.5 donnent les valeurs moyennes du manomètre MNA BA-GP370-2, notées $p_{EC\ 370}$ (correspondant à la pression lue corrigée du coefficient K), la pression moyenne de référence $p_{réf}$ déterminée par expansion continue, les écarts moyens entre la pression de référence et la pression du manomètre et les répétabilités expérimentales (la répétabilité est définie par les écarts-types multipliés par un coefficient de student de 1,24 correspondant à un échantillon de trois valeurs). Les écarts sont notés E_3 (avec $E_3 = p_{EC\ 370\ R_{81}} - p_{réf}$) et E_4 (avec $E_4 = p_{EC\ 370\ R_{106}} - p_{réf}$) respectivement pour les rapports de pression $R_p \approx 81$ et $R_p \approx 106$.

L'incertitude sur l'écart est l'incertitude élargie à ($k = 2$) comme vu précédemment pour la comparaison circulaire. Il s'agit de la somme quadratique de l'incertitude-type due à la pression de référence, celle due à la résolution et l'écart-type expérimental. L'incertitude élargie ($k = 2$) sur la pression de référence est celle définie à la section précédente 7.1 soit pour rappel : $U_{pref} = 1,0 \cdot 10^{-7} \text{ Pa} + 2,0 \cdot 10^{-2} \times p_{ref}$.

TABLE 7.4 – Méthode par expansion continue pour un rapport $R_p \approx 81$

| Expansion continue GP370-2 ($R_p \approx 81$) | | | | | | | |
|---|--|------------------------------------|--|--|---|--|------------|
| $p_{réf}$ (Pa) | $p_{EC\ 370\ R_{81}}$ (Pa) | Répétabilité (Pa) | Répétabilité relative (%) | Écart $E_3 = p_{EC\ 370\ R_{81}} - p_{réf}$ (Pa) | Écart relatif $E_3 / p_{réf}$ (%) | Incertitude sur l'écart E_3 ($k=2$) | |
| | | | | | | (Pa) | (%) |
| 9,51.10 ⁻⁷ | 1,41.10 ⁻⁶ | 7,0.10 ⁻⁸ | 7,4 | 4,62.10 ⁻⁷ | 49 | 1,8.10 ⁻⁷ | 19 |
| 1,74.10 ⁻⁶ | 2,27.10 ⁻⁶ | 1,0.10 ⁻⁷ | 5,9 | 5,32.10 ⁻⁷ | 31 | 2,5.10 ⁻⁷ | 14 |
| 4,88.10 ⁻⁶ | 5,53.10 ⁻⁶ | 7,2.10 ⁻⁸ | 1,5 | 6,53.10 ⁻⁷ | 13 | 2,4.10 ⁻⁷ | 5,0 |
| 6,85.10 ⁻⁶ | 7,59.10 ⁻⁶ | 6,2.10 ⁻⁸ | 0,91 | 7,38.10 ⁻⁷ | 11 | 2,7.10 ⁻⁷ | 3,9 |
| 1,02.10 ⁻⁵ | 1,11.10 ⁻⁵ | 1,0.10 ⁻⁷ | 1,05 | 8,82.10 ⁻⁷ | 8,7 | 3,8.10 ⁻⁷ | 3,7 |
| 2,03.10 ⁻⁵ | 2,15.10 ⁻⁵ | 7,4.10 ⁻⁸ | 0,37 | 1,21.10 ⁻⁶ | 6,0 | 5,3.10 ⁻⁷ | 2,6 |
| 5,03.10 ⁻⁵ | 5,24.10 ⁻⁵ | 3,8.10 ⁻⁷ | 0,76 | 2,13.10 ⁻⁶ | 4,2 | 1,3.10 ⁻⁶ | 2,7 |
| 7,04.10 ⁻⁵ | 7,38.10 ⁻⁵ | 5,1.10 ⁻⁷ | 0,73 | 3,40.10 ⁻⁶ | 4,8 | 1,8.10 ⁻⁶ | 2,6 |
| 1,02.10 ⁻⁴ | 1,07.10 ⁻⁴ | 1,9.10 ⁻⁷ | 0,18 | 4,84.10 ⁻⁶ | 4,7 | 2,3.10 ⁻⁶ | 2,2 |
| 2,02.10 ⁻⁴ | 2,10.10 ⁻⁴ | 8,0.10 ⁻⁷ | 0,40 | 8,04.10 ⁻⁶ | 4,0 | 4,5.10 ⁻⁶ | 2,2 |
| 4,97.10 ⁻⁴ | 5,19.10 ⁻⁴ | 2,9.10 ⁻⁶ | 0,59 | 2,22.10 ⁻⁵ | 4,5 | 1,2.10 ⁻⁵ | 2,3 |
| 7,18.10 ⁻⁴ | 7,57.10 ⁻⁴ | 4,8.10 ⁻⁶ | 0,67 | 3,89.10 ⁻⁵ | 5,4 | 1,7.10 ⁻⁵ | 2,4 |
| 1,10.10 ⁻³ | 1,15.10 ⁻³ | 5,5.10 ⁻⁶ | 0,50 | 4,96.10 ⁻⁵ | 4,5 | 2,5.10 ⁻⁵ | 2,3 |

7.2. COMPARAISON DE LA MÉTHODE DE L'EXPANSION CONTINUE AVEC LA MÉTHODE ACTUELLE D'EXTRAPOLATION

TABLE 7.5 – Méthode par expansion continue pour un rapport $R_p \approx 106$

| Expansion continue GP370-2 ($R_p \approx 106$) | | | | | | | |
|--|---|------------------------------------|--|--|--|--|------------|
| $p_{\text{réf}}$ (Pa) | $p_{\text{EC 370 R106}}$ (Pa) | Répétabilité (Pa) | Répétabilité relative (%) | Écart $E_4 = p_{\text{EC 370 R106}} - p_{\text{réf}}$ (Pa) | Écart relatif $E_4 / p_{\text{réf}}$ (%) | Incertitude sur l'écart E_4 ($k=2$) | |
| | | | | | | (Pa) | (%) |
| 1,01.10 ⁻⁶ | 1,36.10 ⁻⁶ | 1,1.10 ⁻⁷ | 10,4 | 3,56.10 ⁻⁷ | 35 | 2,4.10 ⁻⁷ | 24 |
| 1,91.10 ⁻⁶ | 2,30.10 ⁻⁶ | 9,1.10 ⁻⁸ | 4,8 | 3,94.10 ⁻⁷ | 21 | 2,3.10 ⁻⁷ | 12 |
| 4,79.10 ⁻⁶ | 5,26.10 ⁻⁶ | 7,5.10 ⁻⁸ | 1,6 | 4,65.10 ⁻⁷ | 10 | 2,5.10 ⁻⁷ | 5,1 |
| 6,80.10 ⁻⁶ | 7,31.10 ⁻⁶ | 7,9.10 ⁻⁸ | 1,2 | 5,17.10 ⁻⁷ | 7,6 | 2,8.10 ⁻⁷ | 4,2 |
| 9,89.10 ⁻⁶ | 1,05.10 ⁻⁵ | 2,5.10 ⁻⁸ | 0,26 | 6,07.10 ⁻⁷ | 6,1 | 3,0.10 ⁻⁷ | 3,1 |
| 1,97.10 ⁻⁵ | 2,06.10 ⁻⁵ | 7,8.10 ⁻⁸ | 0,39 | 8,30.10 ⁻⁷ | 4,2 | 5,2.10 ⁻⁷ | 2,6 |
| 5,21.10 ⁻⁵ | 5,39.10 ⁻⁵ | 5,5.10 ⁻⁷ | 1,0 | 1,84.10 ⁻⁶ | 3,5 | 1,6.10 ⁻⁶ | 3,0 |
| 7,09.10 ⁻⁵ | 7,36.10 ⁻⁵ | 1,2.10 ⁻⁶ | 1,7 | 2,75.10 ⁻⁶ | 3,9 | 2,8.10 ⁻⁶ | 4,0 |
| 1,03.10 ⁻⁴ | 1,07.10 ⁻⁴ | 3,6.10 ⁻⁷ | 0,35 | 4,23.10 ⁻⁶ | 4,1 | 2,3.10 ⁻⁶ | 2,3 |
| 2,04.10 ⁻⁴ | 2,11.10 ⁻⁴ | 2,4.10 ⁻⁶ | 1,2 | 7,10.10 ⁻⁶ | 3,5 | 6,4.10 ⁻⁶ | 3,1 |
| 5,01.10 ⁻⁴ | 5,18.10 ⁻⁴ | 4,5.10 ⁻⁶ | 0,90 | 1,70.10 ⁻⁵ | 3,4 | 1,4.10 ⁻⁵ | 2,7 |
| 6,98.10 ⁻⁴ | 7,26.10 ⁻⁴ | 1,1.10 ⁻⁶ | 0,15 | 2,78.10 ⁻⁵ | 4,0 | 1,4.10 ⁻⁵ | 2,0 |
| 1,04.10 ⁻³ | 1,07.10 ⁻⁴ | 6,6.10 ⁻⁶ | 0,64 | 3,67.10 ⁻⁵ | 3,5 | 2,5.10 ⁻⁵ | 2,4 |

Lors de la mise en place de l'expansion continue pour un rapport de pression de 106, on remarque des valeurs de répétabilité relativement élevées, de l'ordre de 1 %. En effet, la climatisation du laboratoire est tombée en panne pendant cette semaine d'expérimentation. Les trois cycles n'ayant pas été réalisés consécutivement, cette dispersion est liée à la température instable du laboratoire.

Néanmoins, comparons graphiquement ces résultats (*cf.* la figure 7.3). Les barres d'incertitudes représentent l'incertitude élargie sur l'écart.

7.2. COMPARAISON DE LA MÉTHODE DE L'EXPANSION CONTINUE AVEC LA MÉTHODE ACTUELLE D'EXTRAPOLATION

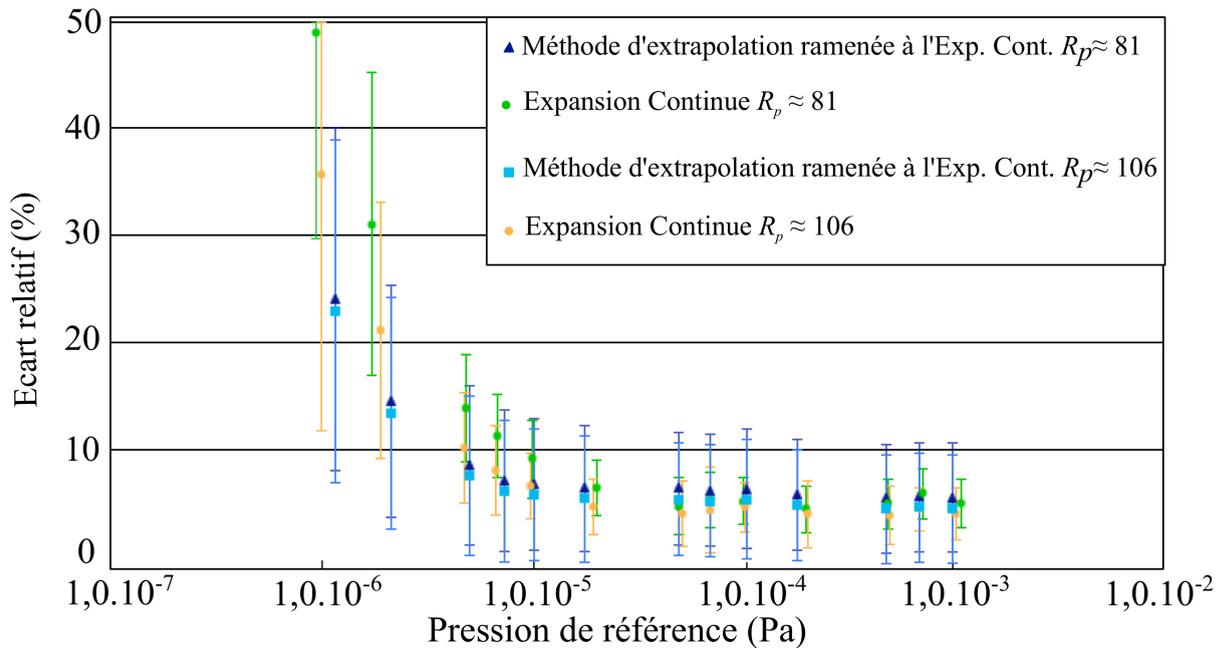


FIGURE 7.3 – Écart relatif d'étalonnage suivant les deux méthodes

La figure 7.3 met en évidence la cohérence entre les deux méthodes. Les écarts se recourent aux incertitudes près. Cependant, on remarque qu'aux basses pressions de l'ordre de $1,0 \cdot 10^{-6}$ Pa, ils sont supérieurs à 20 %, peut-être à cause d'un décalage du zéro du manomètre MNA BA-GP370-2.

Effectuons un agrandissement de la région entre $1,0 \cdot 10^{-5}$ Pa et $1,0 \cdot 10^{-3}$ Pa (*cf.* figure 7.4). Nous observons, comme attendu, la diminution des barres d'incertitudes par la méthode de l'expansion continue.

7.2. COMPARAISON DE LA MÉTHODE DE L'EXPANSION CONTINUE AVEC LA MÉTHODE ACTUELLE D'EXTRAPOLATION

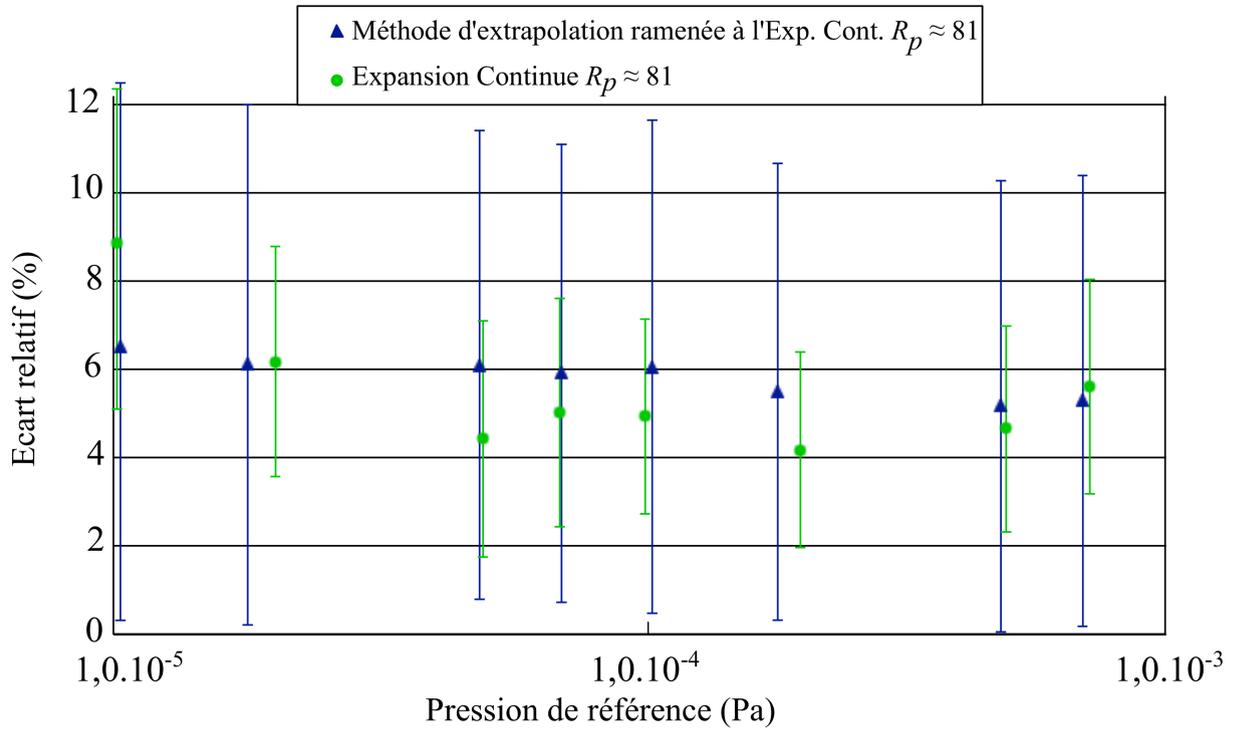


FIGURE 7.4 – Zoom sur les écarts relatifs d'étalonnage entre 10 μ Pa et 1,0 mPa pour ($R_p \approx 81$)

Pour le rapport de pressions $R_p = 81$, approfondissons l'analyse en observant l'écart des écarts en relatifs définis suivant l'équation 7.16 :

$$Ecart_{des\ écarts} = \frac{E_1 - E_3}{P_{Ractuelle}} \times 100. \quad (7.16)$$

Le tableau 7.6 représente l'écart des écarts en absolu et en relatif ($E_1 - E_3$), l'incertitude élargie de ces écarts E_1 et E_3 et l'incertitudes sur l'écart des écarts. L'incertitude a été définie suivant la méthode employée dans ce mémoire à partir de la loi de propagation des variances :

$$U_{écarts_{des\ écarts}} = 2 \times \sqrt{\left(\frac{U_{E_1}}{2}\right)^2 + \left(\frac{U_{E_3}}{2}\right)^2}. \quad (7.17)$$

La figure 7.5 représente l'écart des écarts en relatif pour les deux rapports de pressions. L'analyse montre que chacune des barres d'incertitudes passe par zéro. Il

7.2. COMPARAISON DE LA MÉTHODE DE L'EXPANSION CONTINUE AVEC LA MÉTHODE ACTUELLE D'EXTRAPOLATION

y a donc une cohérence entre les deux méthodes.

TABLE 7.6 – Incertitude sur l'écart des écarts pour $R \approx 81$

| $R_p \approx 81$ | | | | | | | |
|--|-----|--|-----|------------------------------|-------|--|-----|
| Incertitude sur l'écart de E_1 ($k=2$) | | Incertitude sur l'écart de E_3 ($k=2$) | | Écart des écarts $E_1 - E_3$ | | Incertitude sur l'écart de l'écart ($k=2$) | |
| (Pa) | (%) | (Pa) | (%) | (Pa) | (%) | (Pa) | (%) |
| $1,9 \cdot 10^{-7}$ | 16 | $1,8 \cdot 10^{-7}$ | 19 | $-1,84 \cdot 10^{-7}$ | -16 | $2,6 \cdot 10^{-7}$ | 22 |
| $2,3 \cdot 10^{-7}$ | 11 | $2,5 \cdot 10^{-7}$ | 14 | $-2,30 \cdot 10^{-7}$ | -11 | $3,4 \cdot 10^{-7}$ | 16 |
| $3,8 \cdot 10^{-7}$ | 7,5 | $2,4 \cdot 10^{-7}$ | 5,0 | $-2,43 \cdot 10^{-7}$ | -4,8 | $4,5 \cdot 10^{-7}$ | 8,9 |
| $5,0 \cdot 10^{-7}$ | 6,6 | $2,7 \cdot 10^{-7}$ | 3,9 | $-2,38 \cdot 10^{-7}$ | -3,2 | $5,7 \cdot 10^{-7}$ | 7,5 |
| $6,4 \cdot 10^{-7}$ | 6,2 | $3,8 \cdot 10^{-7}$ | 3,7 | $-2,30 \cdot 10^{-7}$ | -2,2 | $7,4 \cdot 10^{-7}$ | 7,2 |
| $1,1 \cdot 10^{-6}$ | 5,9 | $5,3 \cdot 10^{-7}$ | 2,6 | $-1,48 \cdot 10^{-7}$ | -0,82 | $1,2 \cdot 10^{-6}$ | 6,6 |
| $2,6 \cdot 10^{-6}$ | 5,3 | $1,3 \cdot 10^{-6}$ | 2,7 | $8,12 \cdot 10^{-7}$ | 1,6 | $3,0 \cdot 10^{-6}$ | 6,0 |
| $3,7 \cdot 10^{-6}$ | 5,2 | $1,8 \cdot 10^{-6}$ | 2,6 | $6,67 \cdot 10^{-7}$ | 0,94 | $4,1 \cdot 10^{-6}$ | 5,8 |
| $5,9 \cdot 10^{-6}$ | 5,6 | $2,3 \cdot 10^{-6}$ | 2,2 | $1,37 \cdot 10^{-6}$ | 1,3 | $6,3 \cdot 10^{-6}$ | 6,0 |
| $9,4 \cdot 10^{-6}$ | 5,2 | $4,5 \cdot 10^{-6}$ | 2,2 | $1,63 \cdot 10^{-6}$ | 0,89 | $1,0 \cdot 10^{-5}$ | 5,7 |
| $2,5 \cdot 10^{-5}$ | 5,1 | $1,2 \cdot 10^{-5}$ | 2,3 | $2,03 \cdot 10^{-6}$ | 0,42 | $2,7 \cdot 10^{-5}$ | 5,6 |
| $3,5 \cdot 10^{-5}$ | 5,1 | $1,7 \cdot 10^{-5}$ | 2,4 | $-3,54 \cdot 10^{-6}$ | -0,51 | $3,9 \cdot 10^{-5}$ | 5,7 |
| $5,1 \cdot 10^{-5}$ | 5,1 | $2,5 \cdot 10^{-5}$ | 2,3 | $8,19 \cdot 10^{-7}$ | 0,08 | $5,7 \cdot 10^{-5}$ | 5,7 |

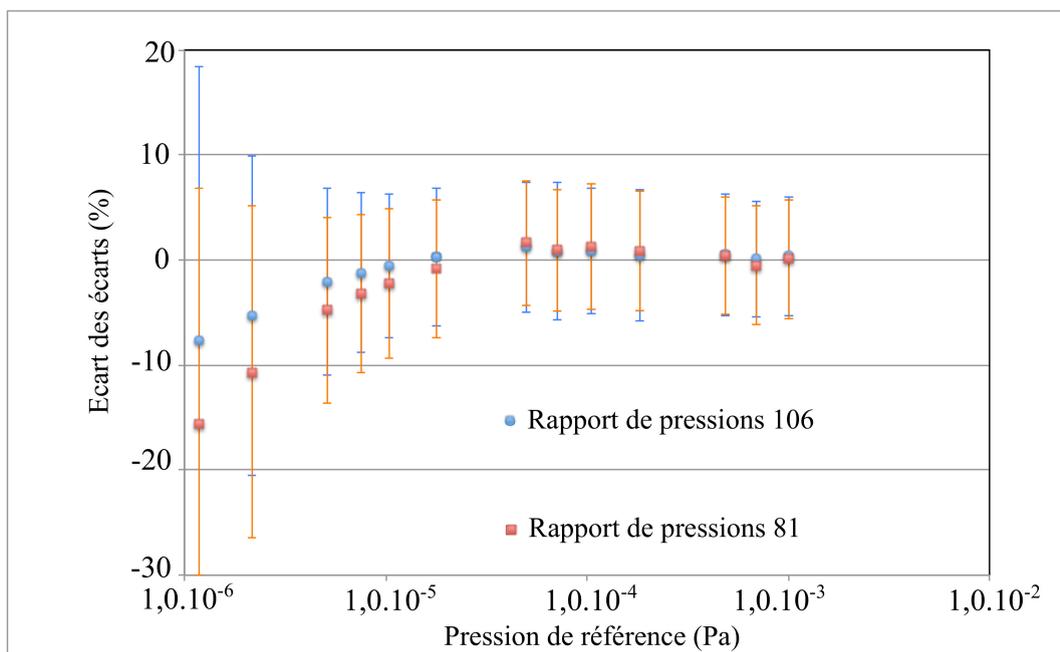


FIGURE 7.5 – Écarts relatifs des écarts d'étalonnage entre 1,0 μ Pa et 1,0 mPa

7.2. COMPARAISON DE LA MÉTHODE DE L'EXPANSION CONTINUE AVEC LA MÉTHODE ACTUELLE D'EXTRAPOLATION

Nous venons d'étudier la différence entre la méthode d'extrapolation et la méthode par expansion continue. L'analyse montre une cohérence entre la méthode actuelle et la méthode développée dans ce mémoire. Ainsi, pour améliorer les incertitudes d'étalonnage des manomètres à cathode chaude, le laboratoire doit continuer sa démarche d'amélioration continue. Le chapitre suivant propose des perspectives d'évolution à ce sujet.

Chapitre 8

Perspectives

Plusieurs étapes seront nécessaires pour confirmer la validation métrologique de la méthode d'expansion continue décrite dans ce mémoire. Tout d'abord, une comparaison avec d'autres laboratoires devra être entreprise. Une comparaison avec le laboratoire allemand PTB serait intéressante car, pour une gamme de pressions de 1,0 nPa à 1,0 mPa, leurs incertitudes relatives élargies sont de 3 % à 1 %. Au final, si une comparaison interlaboratoire valide l'étalonnage par la méthode d'expansion continue, une prestation commerciale de celle-ci pourra être proposée.

A l'heure actuelle trois sources d'incertitudes majeures ont été recensées au niveau de la pression de référence. L'une d'entre elles est due à la pression résiduelle (un talon de $1,0 \cdot 10^{-7}$ Pa). L'étalonnage et la caractérisation d'un spectromètre de masse permettra d'améliorer la connaissance de celle-ci. Deux d'entre elles concernent l'incertitude due à la corrélation entre la conductance et le rapport de pressions et la mesure du flux gazeux. Les incertitudes relatives du flux gazeux thermique et du flux gazeux issu des passages étanches sont les plus importantes, de l'ordre de $1,0 \cdot 10^{-3} \times Q$. Une étude en cours au laboratoire consiste à caractériser les flux gazeux parasites [19]. Ces travaux pourront être adaptés à l'expansion continue.

De plus, deux autres approches de l'expansion continue pourront être abordées dans l'avenir. Il agit d'utiliser le volume Vol-1 ou le volume Vol-3 comme volume de référence.

8.1 Bilan d'incertitude sur p_{ref}

La contribution la plus importante à la mesure de pression est le terme de corrélation entre la conductance C_v et le rapport de pressions R_p . Les travaux menés dans ce mémoire n'ont pas permis d'établir la corrélation exacte. Si l'on s'affranchi du terme de corrélation, l'incertitude relative sur la pression de référence peut être ramenée à $U_{p_{ref}} = 1,0 \cdot 10^{-7} \text{ Pa} + 1,4 \cdot 10^{-2} \times p_{ref}$. Une étude approfondie devra être réalisée pour observer plus en détail la covariance de C_v et R_p , pour différents rapports de pressions.

8.2 Les flux gazeux parasites

Aujourd'hui, la caractérisation des flux gazeux parasites est réalisée pour des pressions de travail p_0 autour de la pression atmosphérique. Au cours de ces travaux nous avons utilisé le fluxmètre pour des mesures de flux compris entre $2,0 \cdot 10^{-7} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ et $2,0 \cdot 10^{-3} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$. Chaque palier de flux gazeux correspond à un fonctionnement du fluxmètre pour une pression de travail p_0 compris entre 250 Pa et 1300 hPa. Le dispositif actuel de mesure des flux gazeux parasites peut être étendu pour les différentes pressions de travail. Cette expérimentation consiste à déterminer les flux gazeux parasites avant et après une mesure de flux gazeux. Ainsi, une correction sur la mesure du flux gazeux et une incertitude liée à cette correction seront établies.

Nous effectuerons la détermination de ces flux en connectant une vanne trois voies entre la vanne V_{MF} du fluxmètre gazeux et l'entrée du volume de mesure. La troisième voie de la vanne sera connectée à un volume de maintien, noté Vol-Maint, qui permettra de maintenir l'équilibre de pressions dynamiques dans l'enceinte XHV-RIBER. Ce volume de maintien sera donc soumis à la pression p_0 . Une étude pour l'acquisition de ce nouveau volume devra être entreprise. Mieux encore, le volume tampon Vol-T pourra être connecté sur la troisième voie de la vanne.

La figure 8.1 présente ce dispositif de mesure.

Dans un premier temps la pression de travail p_0 sera appliquée à l'ensemble du

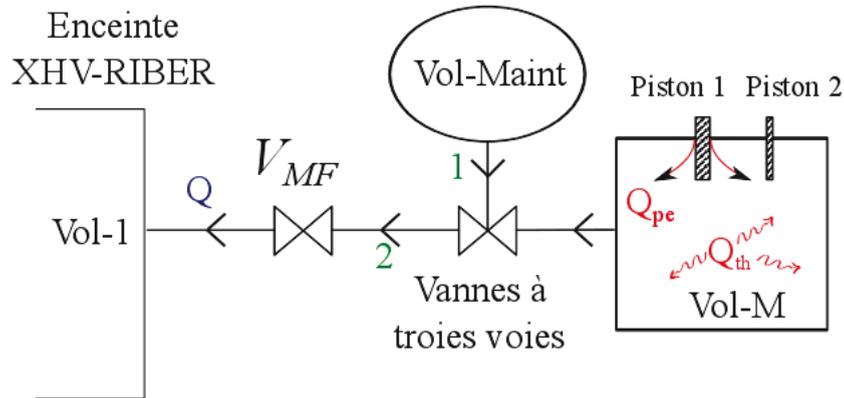


FIGURE 8.1 – Dispositif d'estimation des flux parasites

Ici Q_{pe} et le flux gazeux issu des passages étanches, Q_{th} le flux gazeux d'origine thermique et V_{MF} la vanne de micro-fuite. Dans un premier temps la vanne sera en position 1, ($Q = 0$) le flux mesuré correspond uniquement aux flux parasites ($Q_{pe} + Q_{th}$). Puis quand la vanne sera en position 2, le fluxmètre mesurera le flux gazeux Q issu du volume Vol-M ainsi que les flux parasites soit $Q + Q_{pe} + Q_{th}$. Enfin la vanne sera remise en position 1 où les flux parasites seront à nouveaux mesurés. Le flux gazeux parasite est ensuite retranché de la deuxième mesure ; ou on se contente de l'estimer pour établir la valeur de son incertitude.

fluxmètre et au volume Vol-Maint. Ensuite, la vanne trois voies sera actionnée, en position 1, de sorte que le flux gazeux ne provienne que du volume Vol-Maint pour alimenter l'équilibre dynamique. Ce sera à ce moment que les flux gazeux parasites seront mesurés ($Q_{pe} + Q_{th}$). Dans un deuxième temps, la vanne trois voies sera actionnée en position 2 de sorte que les flux gazeux Q , Q_{pe} et Q_{th} soient mesurés. La mesure de flux gazeux peut être alors effectuée en retranchant la deuxième mesure de la première. Pour finir, une mesure de flux gazeux parasite sera répétée. Cependant, le temps de réalisation d'un cycle par la méthode d'expansion continue est long (un jour). L'ajout de mesures de flux gazeux parasites pour chaque palier de pressions devra faire l'objet d'une étude sur sa faisabilité en un jour ou une étude afin de vérifier les incertitudes causées par les flux parasites Q_{pe} et Q_{th} . Remar-

quons qu'avant de réaliser cette perspective la priorité est de mener une étude pour diminuer l'incertitude due à la corrélation énoncée dans la section 8.1.

8.3 L'expansion continue dans le volume Vol-1

La méthode de l'expansion continue peut être mise en place avec le volume 1 pris comme volume de référence. En reprenant l'équation 3.5 et en considérant que $C_V \ll S_{Vol2}$ on obtient le résultat suivant :

$$p_{1ref} = \frac{Q}{C_v \cdot (1 - R'_p)}, \quad (8.1)$$

avec $R'_p = p_2/p_1$. Comme pour la méthode présentée dans ce document, la pression de référence dans le volume Vol-1, notée p_{1ref} dépend de la pression mesurée par les manomètres de référence pour déterminer C_v et R'_p .

Les mesures effectuées dans le cadre cette étude peuvent être utilisées pour définir une gamme de mesures de pression avec Vol-1 comme volume de référence. La conductance C_v mesurée est de l'ordre de $5,0 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ mais peut être augmentée ou diminuée. Les mesures de flux gazeux pas encore réalisées seront comprises entre $5,0 \cdot 10^{-8} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ et $2,0 \cdot 10^{-3} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$. Ainsi la pression la plus petite mesurable dans le volume Vol-1 dépendra du choix de la conductance C_v et du flux gazeux mesuré.

Le raccordement actuel des manomètres de pression de référence entre $1,0 \cdot 10^{-4} \text{ Pa}$ et 1 Pa s'effectue avec une incertitude élargie sur la pression de référence de : $U_{SRG} = 5,0 \cdot 10^{-3} \times P_r + 7,0 \cdot 10^{-6} \text{ Pa}$ (2.4) (cf. section 2.3). Si l'on effectue un raccordement suivant l'équation 8.1, une étude devra être effectuée pour définir l'incertitude associée à p_{1ref} . Cependant, grâce aux mesures réalisées, l'incertitude sur la pression de référence p_{1ref} peut être estimée. En effet, pour des flux gazeux inférieurs à $2,0 \cdot 10^{-4} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$, l'incertitude élargie de Q est : $U_Q = (5,3 \cdot 10^{-3} \times Q) \text{ Pa} \cdot \text{m} \cdot \text{s}^{-1}$ et pour des flux supérieurs à $2,0 \cdot 10^{-4} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$, l'incertitude élargie de Q est : $U_Q = (4,0 \cdot 10^{-3} \times Q) \text{ Pa} \cdot \text{m} \cdot \text{s}^{-1}$. Quant à l'incertitude relative élargie

sur la conductance, nous avons vu qu'elle fut estimée à $1,0 \cdot 10^{-2}$. En ne tenant pas compte d'éventuels écarts-type expérimentaux sur p_{1ref} et de la corrélation entre R'_p et C_v on estime que l'incertitude élargie sur la pression de référence par expansion continue dans le volume Vol-1 est de l'ordre de : $U_{p_{1ref}} = 1,2 \cdot 10^{-2} \times p_{1ref}$.

Notons que l'incertitude-type composée sur la mesure de la conductance pourrait être diminuée. Un moyen, certes compliqué à mettre en place car il faut démonter l'enceinte, serait de remplacer la vanne de conductance variable par deux vannes : une qui permet l'ouverture et la fermeture entre les deux volumes et un orifice de géométrie connu. Un calcul de la géométrie de l'orifice définira sa valeur et son incertitude qui, on l'espère, sera inférieure à celle de la méthode expérimentale (Par exemple voir la publication [8] où l'incertitude élargie est de l'ordre de 0,4 %).

8.4 L'expansion continue dans le volume Vol-3

L'enceinte d'étalonnage a été conçue pour effectuer une double expansion continue qui permettrait de descendre en dessous de $1,0 \mu\text{Pa}$. Le volume Vol-3 de la figure 4.1 sera le volume de référence. En adaptant l'équation 3.5 au volume Vol-3 on obtient l'équation suivante :

$$(p_2 - p_3) \cdot C = p_3 \cdot S_{vol3}, \quad (8.2)$$

où S_{vol3} est la vitesse de pompage dans le volume Vol-3.

En considérant la pression $p_3 \ll p_2$, et en reprenant le calcul de la pression dans le volume 2, on obtient dans le volume la pression de référence p_{3ref} :

$$p_{3ref} = \frac{Q}{C_v (R_p - 1)} \cdot \frac{C}{S_{vol3}}. \quad (8.3)$$

Le laboratoire devra appuyer ses recherches sur la caractérisation de la conductance C et de la vitesse de pompage S_{vol3} .

Conclusion

CONCLUSION

La méthode d'expansion continue (ou dynamique) pour l'étalonnage des manomètres à vide entre 1,0 μPa et 1,0 mPa a été mise en place avec succès au Département Masse et grandeurs dérivées du Laboratoire commun de métrologie. L'incertitude élargie sur la pression de référence est de : $U_{p_{ref}} = 1,0 \cdot 10^{-7} \text{ Pa} + 2,0 \cdot 10^{-2} \times p_{ref}$. L'objectif principal de la méthode était l'amélioration des CMC actuelles entre 1,0 μPa et 1,0 mPa qui sont de : $U_{HCG} = 1,0 \cdot 10^{-7} \text{ Pa} + 5,0 \cdot 10^{-2} \times P_r$ et qui englobent les écarts de linéarité de nos manomètres à cathode chaude. Au regard des résultats, nous observons que la pente de l'incertitude a bien été divisée par deux, mieux par un facteur de 2,5 au delà des attentes. L'objectif est donc atteint.

Les travaux réalisés ont mis en évidence les paramètres qui déterminent la pression de référence : le flux gazeux Q , la conductance C_v et le rapport de pression R_p . Les incertitudes associées à ces paramètres ont été explorées ainsi que les corrélations possibles entre eux.

La corrélation entre le rapport de pressions et la conductance n'a pas été déterminé exactement. La corrélation prise est la plus pénalisante et le terme lié à la corrélation représente 45 % de la pente de l'incertitude sur la pression de référence p_{ref} .

La caractérisation de la vanne de "conductance variable" a été déterminée pour une position de la vanne permettant d'obtenir des valeurs de conductances adaptées aux mesures par expansion continue et de valider expérimentalement le domaine théorique du régime d'écoulement moléculaire. L'incertitude relative élargie sur la conductance obtenue dans cette étude est de $1,0 \cdot 10^{-2}$.

De plus, le rapport de pressions R_p considéré de l'ordre de 100 a été estimé avec une incertitude relative élargie de $8,0 \cdot 10^{-3}$.

Enfin, le flux gazeux a été adapté pour la détermination de la conductance et de la pression de référence. L'incertitude élargie sur la mesure du flux gazeux Q est $5,3 \cdot 10^{-3}$ et une meilleure connaissance des flux parasites permettra de la diminuer.

L'analyse des résultats a donc permis de définir une pression de référence par la méthode d'expansion continue. Une comparaison avec la méthode actuelle d'extra-

polution sur un manomètre à cathode chaude a montré des écarts relatifs équivalents.

Outre l'amélioration d'un facteur 2,5 du terme d'incertitude proportionnel à p_{ref} par rapport aux CMC actuelles, la méthode d'expansion continue est beaucoup plus robuste que la traçabilité basée sur les étalons secondaires qui sont des manomètres à ionisation de type cathode chaude. En effet, les CMC relatives à ces étalons secondaires sont susceptibles d'être dégradées lorsque les manomètres à ionisation perdent de leurs performances (linéarité, offset en basse pression...) voire ne fonctionnent plus. L'objectif suivant sera de valider l'incertitude estimée par l'étude de l'expansion continue comme nouvelles CMC, par l'organisation d'une comparaison bilatérale avec le Laboratoire national de métrologie allemand.

Annexes

Annexe A

Influence de la température sur le flux gazeux

Si le flux molaire est constant $Q_m = 4,5 \cdot 10^{-9} \text{ mol} \cdot \text{s}^{-1}$ et indépendamment de la température du gaz.

Si le gaz est à une température de $273,15 \text{ K}$, le flux gazeux Q est le suivant :

$$Q = Q_m \cdot R \cdot T, \quad (\text{A.1})$$

l'application numérique est

$$Q = 4,5 \cdot 10^{-9} \cdot 8,314462 \times 273,15 = 1,022 \cdot 10^{-5} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1} \quad (\text{A.2})$$

et si la température est de $293,15 \text{ K}$, le flux gazeux Q est le suivant :

$$Q = Q_m \cdot R \cdot T, \quad (\text{A.3})$$

l'application numérique est

$$Q = 4,5 \cdot 10^{-9} \cdot 8,314462 \times 293,15 = 1,098 \cdot 10^{-5} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}, \quad (\text{A.4})$$

on montre donc ici que la température à laquelle le flux gazeux est définie est importante d'être signalé. Pour le même flux molaire, les flux gazeux varient en fonction de la température.

Annexe B

Loi de distribution des vitesses de Maxwell–Boltzmann

Considérons un gaz pur en équilibre thermique. Puisque les mouvements des molécules ne modifient pas la densité moléculaire du gaz, et que nous nous trouvons en présence d'un état d'équilibre statistique, et les molécules ont des vitesses et des directions réparties uniformément, nous admettrons l'équation de Maxwell – Boltzmann suivante :

$$dn_v = f(v) \times dv = 2n_1 \cdot \sqrt{\frac{m^3}{2\pi \cdot k^3 \cdot T^3}} \cdot e\left(-\frac{m \cdot v^2}{2 \cdot k \cdot T}\right) \cdot v^2 \cdot dv, \quad (\text{B.1})$$

où dn_v est le nombre de molécules par unité de volume dont la vitesse est comprise entre v et $v+dv$, et n_1 nombre total de molécules par unité de volume, de la constante de Boltzmann k , de la température T du gaz et de la masse m de la molécule.

Pour illustrer cette relation, observons la figure B.1 qui représente la fonction $f(x) = x^2 \cdot e^{-x^2}$.

Une molécule de masse m peut avoir n'importe quelle vitesse comprise entre zéro et l'infini. Cependant, à une température donnée, sa vitesse la plus probable, notée v_p , correspond au maximum de la courbe de distribution, c'est à dire pour :

$$\frac{d}{dv} f(v) = 0, \quad (\text{B.2})$$

son expression est :

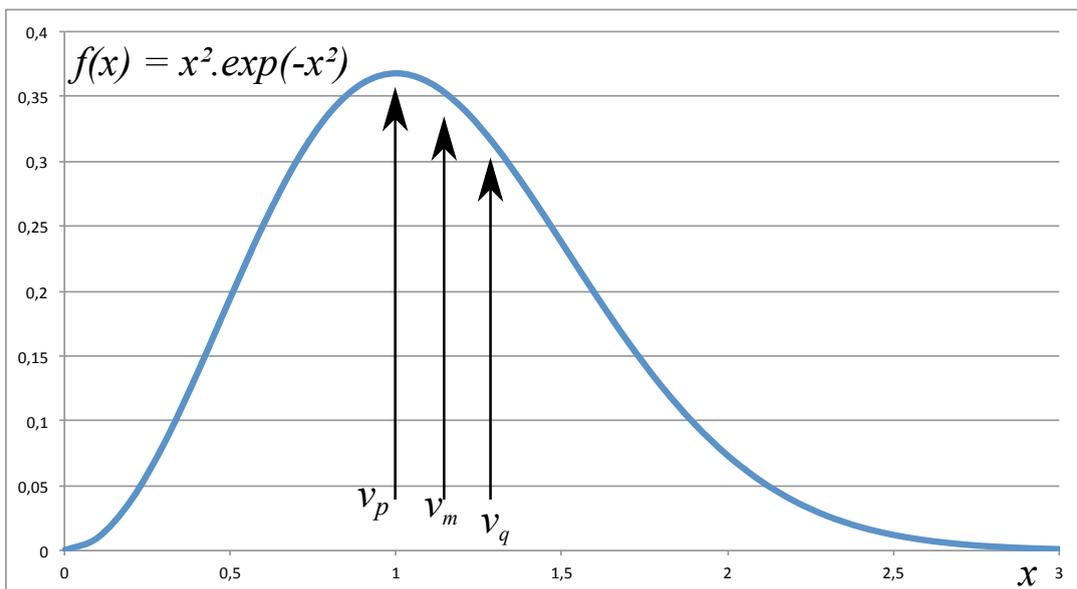


FIGURE B.1 – Allure de la distribution de Maxwell-Boltzmann

La vitesse v_p est la plus probable et correspond au maximum de la courbe.

La vitesse v_m est la vitesse moyenne arithmétique de toutes les molécules.

La vitesse v_q est la vitesse quadratique qui est utilisée lorsque l'énergie cinétique intervient.

$$v_p = \sqrt{\frac{2k \cdot T}{m}}. \quad (\text{B.3})$$

Cette relation permet de calculer la vitesse la plus probable, mais elle ne correspond pas à la vitesse moyenne arithmétique, notée v_m , de toutes les molécules, déterminée en additionnant les vitesses de toutes les molécules puis en divisant le résultat par le nombre de molécules. La formule suivante est le résultat de cette opération :

$$v_m = \sqrt{\frac{8k \cdot T}{\pi \cdot m}}, \quad (\text{B.4})$$

Pour information, la racine carrée du quotient de la somme des carrés de toutes les vitesses par le nombre de molécules est la vitesse quadratique moyenne (ou vitesse efficace), notée v_q , qui permet notamment de déterminer l'énergie cinétique moyenne. Nous obtenons :

$$v_q = \sqrt{\frac{3k \cdot T}{m}}. \quad (\text{B.5})$$

Lorsqu'il est question de l'énergie cinétique la vitesse quadratique moyenne sera le paramètre le plus pertinent.

Annexe C

Principes physiques des manomètres de références de pression absolue

Cette annexe présente les différents principes de fonctionnement des manomètres de pression absolue, utilisés à la fois pour fournir la pression de référence en métrologie du vide entre 1,0 μPa et 10 Pa et pour la mise en oeuvre de la méthode de l'expansion continue. Les manomètres de référence sont des manomètres à membrane capacitive (CDG), des manomètres à bille tournante (SRG) et des manomètre à ionisation de type cathode chaude (HCG). Pour le manomètre à membrane capacitive, le principe physique est l'équilibre de forces, la déformation élastique. Pour les manomètres à bille tournante la physique fait appel à la cinétique du gaz. Enfin, les manomètres à ionisation utilisent la physique des particules chargées traversant un gaz.

C.1 Manomètre à membrane capacitive

Le fonctionnement d'un manomètre à membrane capacitive repose sur la déformation d'une membrane sous l'action d'une pression. Ce manomètre mesure la différence de pression régnant de part et d'autre de la membrane. Ils sont nommés plus généralement CDG (Capacitive Diaphragm Gauge). La figure C.1 représente le manomètre constitué de deux cavités séparées par une membrane métallique circulaire. Celle-ci compose l'une des armatures d'un condensateur plan C_1 . L'autre

C.1. MANOMÈTRE À MEMBRANE CAPACITIVE

armature de C_1 est situé dans l'axe de révolution de la membrane. L'application d'une pression dans le volume de mesure V_X engendre une déformation de la membrane et se traduit par une différence de pression ($P_X - P_R$). Du fait de la courbure de la membrane, il y a une variation de la distance d du centre de la membrane et l'autre armature du condensateur C_1 , donc de sa capacité électrique. Sur les meilleurs manomètres est placé un second condensateur C_2 . Ainsi, le signal électrique correspondant à la différence des capacités C_1 et C_2 est utilisé pour mesurer la pression (meilleures linéarité et stabilité du signal que pour un modèle muni d'un seul condensateur).

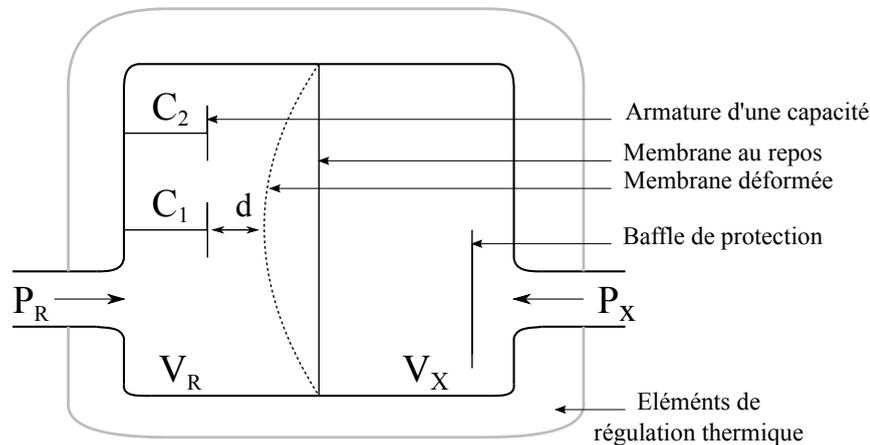


FIGURE C.1 – Schéma de principe du manomètre CDG

Les condensateurs internes C_1 et C_2 sont représentés par les armatures.

Le volume de référence du capteur est noté V_R . Et celui de mesure V_X .

La pression de référence est noté P_R . et celle de mesure est noté P_X .

Pour que ce capteur fonctionne en tant que manomètre de pression absolue, le volume de référence V_R est scellé à une pression inférieure à 10^{-5} Pa. Puisque ce type de capteur donne en toute rigueur une indication de l'accroissement de la pression, la maîtrise du zéro est donc fondamentale. Le zéro du manomètre est obtenu en évacuant le volume de mesure V_X à une pression inférieure à 10 % de la résolution du manomètres. Le zéro doit être mesuré avant chaque utilisation. Les déformations de la membrane sont extrêmement faibles, de l'ordre du nanomètre à la dizaine de

C.2. MANOMÈTRE À BILLE TOURNANTE

micromètres, ce qui rend le manomètre très sensible à la dilatation thermique du matériau constituant la membrane. Les manomètres de référence du LNE (de type 390 ou 690 du constructeur MKS Instruments) sont régulés en température au niveau de la cellule de mesure autour de 45°C, permettant ainsi d'améliorer la stabilité du signal. Toutefois, il faut faire attention à la régulation thermique car celle-ci peut causer une erreur sur la mesure de pression [3].

C.2 Manomètre à bille tournante

Les manomètres à bille tournante communément appelés SRG (Spinning Rotor Gauge) mesurent la pression absolue pour une gamme typique de $1 \cdot 10^{-4}$ Pa à 10 Pa. Ce type de manomètre est constitué d'une bille en acier (rotor, de diamètre 4,5 mm) mise en suspension magnétique puis en rotation par un champ magnétique tournant (stator) (*cf.* la figure C.2).

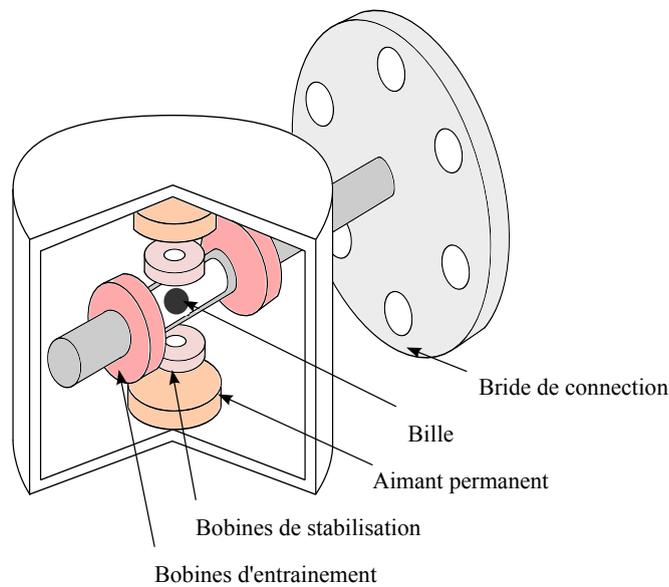


FIGURE C.2 – Schéma de principe d'un manomètre à bille tournante

Lorsque la bille atteint une vitesse de rotation de l'ordre de $410 \text{ tour} \cdot \text{s}^{-1}$, le champ magnétique tournant est coupé. Sa vitesse de rotation angulaire ω décroît alors plus ou moins rapidement en fonction de la pression. La relation entre la pression et le ralentissement relatif $(-\frac{1}{\omega} \cdot \frac{d\omega}{dt})$ de la bille est fonction de la nature

du gaz (masse molaire M , température T) et des caractéristiques de la bille (rayon a , masse volumique ρ et état de surface spécifique σ , également appelé coefficient d'accommodation) :

$$P = \frac{1}{\sigma} \sqrt{\frac{8\pi \cdot R \cdot T}{M}} \cdot \frac{a \cdot \rho}{10} \cdot \left(-\frac{1}{\omega} \cdot \frac{dw}{dt} \right) - OFS. \quad (C.1)$$

Dans la pratique, la valeur de l'offset OFS (décalage du zéro) (en unité de pression) doit être déterminée avant chaque utilisation à l'aide d'un manomètre à cathode chaude (HCG : Hot Cathode Gauge) pour une pression réelle inférieure à 10 μPa . La valeur de OFS , de l'ordre de 0,1 mPa à 1,0 mPa est incorporée dans l'électronique du manomètre SRG de sorte que la lecture approche la valeur de pression réelle à 1,0 μPa . En réalité, il est calculé la correction d'offset qui se rapporte à la pression lue par le SRG (cf. la section 2.3). Les précautions d'emploi contraignantes (stabilité de la température environnante, absence de vibrations, *etc.*) et le coût important de l'appareil font du manomètre à bille tournante un instrument utilisé principalement dans les laboratoires de métrologie accrédités et les centres de recherche [3].

C.3 Manomètre à ionisation de type cathode chaude

Pour des gammes de pression comprise entre 1,0 μPa et 1,0 mPa, les manomètres à ionisation de référence utilisent la physique des particules chargées traversant un gaz raréfié. En effet, lorsqu'un gaz raréfié est traversé par des électrons suffisamment accélérés, ils produisent des ions positifs dont le nombre, dans la limite déterminée, est proportionnel à la pression P . Le manomètre à ionisation de type cathode chaude (HCG : Hot Cathode Gauge) comporte trois électrodes : un filament à potentiel négatif (la cathode), une grille cylindrique (l'anode) et un autre filament (le collecteur).

Les électrons issus de la cathode sont accélérés par la différence de potentiel engendrée par l'anode. Les électrons les plus énergétiques pénètrent dans l'espace grille-collecteur en raison de la transparence de la grille et ionise le gaz en perdant

C.3. MANOMÈTRE À IONISATION DE TYPE CATHODE CHAUDE

de l'énergie. Les ions positifs formés dans l'espace grille-collecteur sont captés par ce dernier et constituent le courant collecteur i_{col} proportionnel à la densité moléculaire du gaz donc à la pression P [2] :

$$P = \frac{i_{col} - i_r}{K_i \cdot i_-}, \quad (C.2)$$

où i_r est le courant résiduel (correspondant à une pression résiduelle et aussi correspondant au zéro de l'instrument), i_- représente le courant d'émission traversant la cathode et K_i est un coefficient de ionisation correspondant au gaz.

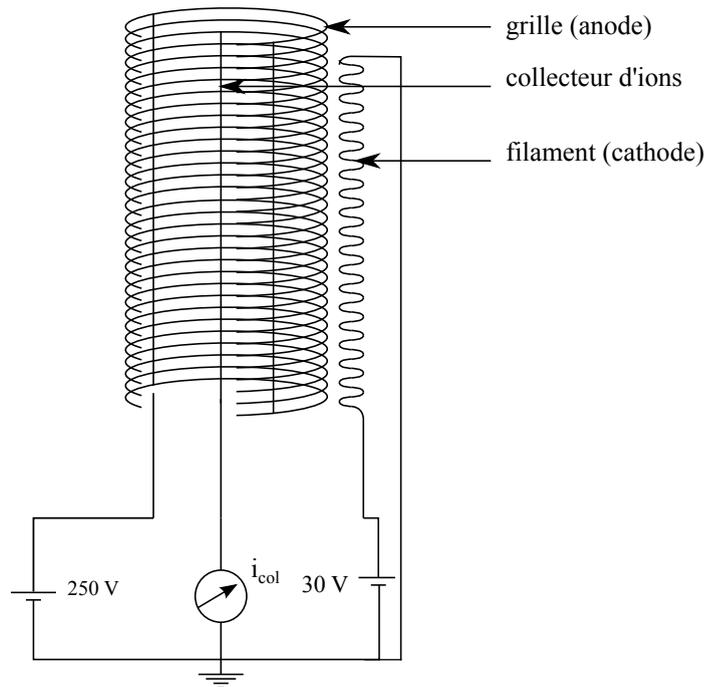


FIGURE C.3 – Schéma de principe d'un manomètre à ionisation

Le filament collecteur d'ions fut anciennement réalisé en tungstène aujourd'hui ces filaments sont constitués de iridium yttré ou iridium thorié. Le courant d'émissions de la cathode est de l'ordre de quelques milliampères (5 mA pour des mesures les plus haute, soit de très faibles pressions 1,0 μ Pa. Plus la pression augmente plus le courant diminue). Au niveau du collecteur, le courant i_{col} est compris entre quelques picoampères jusqu'à quelques microampères et plus la pression augmente plus le courant augmente.

Le laboratoire possède actuellement des manomètres à ionisation appelés également "Bayard-Alpert" en référence à R. Bayard et D. Alpert qui ont collaboré

ensemble pour améliorer les manomètres à ionisation en modifiant l'architecture de ce type de jauge (*cf.* figure C.3). Ces instruments proviennent du constructeur Oerlikon Leybold de type IE 514 (Allemagne) ou du constructeur Granville-Phillips (États-Unis) de type 370. L'instrumentation associée à ce type de manomètre (conditionneur et afficheur) fournit une valeur directement en unités de pression.

C.4 Manomètre de type résonnant

Dans un manomètre de type résonnant l'élément sensible est une lame de silicium oscillante. L'application d'une pression dans un soufflet entouré d'un vide de référence comprime par l'intermédiaire d'un dispositif mécanique la lame de silicium, ce qui a pour effet de modifier sa fréquence de vibration [3]. Le constructeur (Druck DPI 142) donne pour le manomètre ManN une « exactitude » de $1 \cdot 10^{-4}$ de la pleine échelle sur une année sur la gamme 35 hPa à 1300 hPa, soit 13 Pa.

Annexe D

Surface de conduction

Pour se donner un ordre de grandeur de la distance maximale à l'intérieur de la surface de conduction, nous avons utilisé un logiciel de dessins qui nous permet de reproduire deux cercles de 200 mm de diamètre dont les centres sont distants de 3 mm, soit la distance calculée lors de l'étude préalable pour un rapport de pressions de 100 [6]. L'épaisseur des traits des cercles a été choisie à 0,3 mm. Voici la figure dessinée :

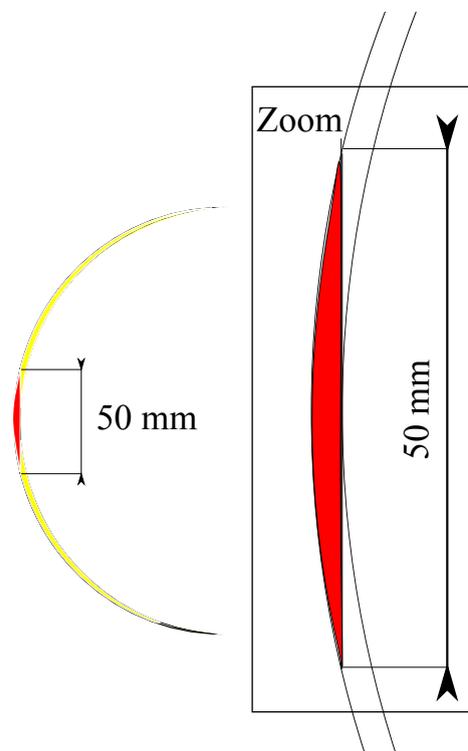


FIGURE D.1 – Plus grande distance entre deux parois de la conductance

Le dessin représente la plus grande distance entre deux parois de la conductance soit le pire des cas. En effet, la distribution des molécules est aléatoire, ce cas sera choisi pour définir la pression.

Afin d'être plus rigoureux cette distance peut se calculer à l'aide de la figure D.2 :

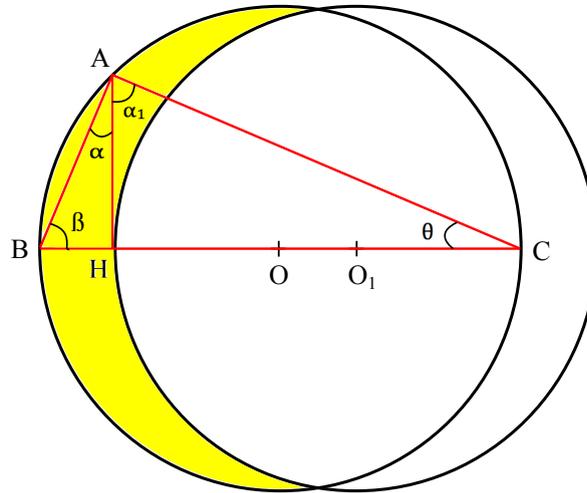


FIGURE D.2 – Calcul de la plus grande distance entre deux parois de la conductance

Considérons les triangles rectangles BAC rectangle en \hat{A} et CHA rectangle en \hat{H} . La somme des angles d'un triangle est de 180 degrés. On en déduit donc les angles $\widehat{CBA} = \beta$ et $\widehat{CAH} = \alpha_1$.

$$\beta = 180^\circ - (90^\circ + \theta) = 90^\circ - \theta, \quad (\text{D.1})$$

et

$$\alpha_1 = 180^\circ - (90^\circ - \theta) = 90^\circ + \theta, \quad (\text{D.2})$$

donc

$$\beta = \alpha_1. \quad (\text{D.3})$$

Suivant la même démonstration $\alpha = \theta$.

Les deux triangles rectangles sont semblables, on peut donc écrire leurs rapports de similitude :

$$\frac{AB}{CA} = \frac{CH}{AH} = \frac{AH}{BH}, \quad (\text{D.4})$$

$$AH^2 = BH \times CH. \quad (\text{D.5})$$

La distance BH correspond à la distance de déplacement entre O et O₁ soit BH = OO₁ = 3 mm. La distance CH est égale au diamètre du cercle de centre O moins la distance entre O et O₁ soit CH = CB - BH = 200 - 3 = 197 mm

D'où

$$AH = \sqrt{BH \times CH} = \sqrt{3 \times 197}, \quad (\text{D.6})$$

$$AH = 24,3 \text{ mm}. \quad (\text{D.7})$$

Donc la plus grande distance qui s'inscrit dans la surface de conduction est deux fois la distance AH soit 48,6 mm.

Annexe E

Vitesse de pompage

Ci-dessous un cliché du manuel d'utilisation de la pompe Alcatel ATP 900, où l'on constate que la vitesse de pompage est constante pour des pressions inférieures à $7 \cdot 10^{-3}$ Pa.

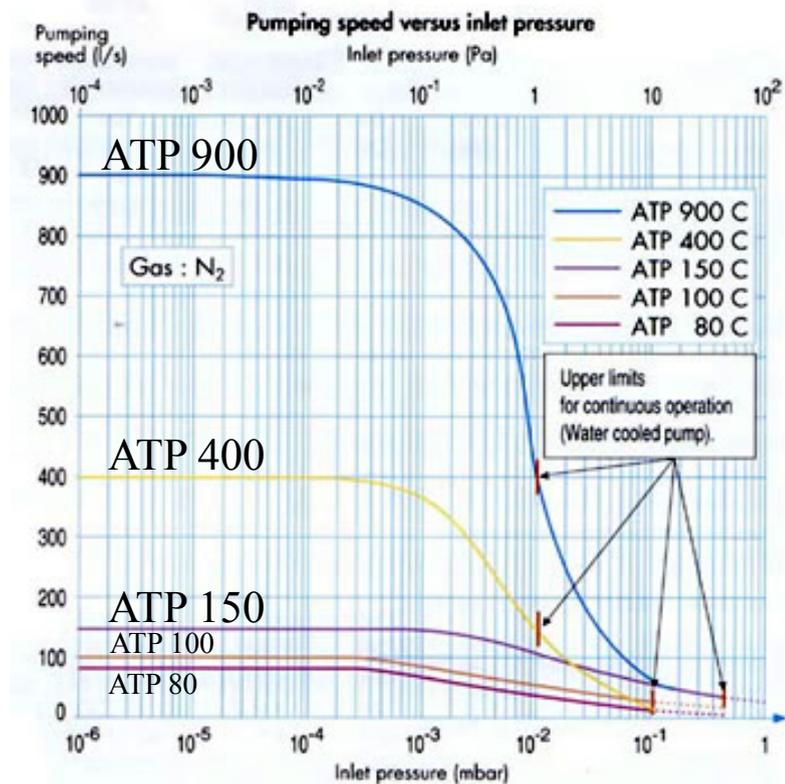


FIGURE E.1 – Cliché du manuel d'utilisation de la pompe Alcatel ATP 900 ; vitesse de pompage en fonction de la pression pour de l'azote. 900 désigne la vitesse max de pompage en litre par seconde à 10^{-6} mbar etc.,.

Bibliographie

- [1] G. Grigorov et V. Kanev. *Le vide poussé*, chapter Bases scientifiques de la technique du vide. Masson et Cie, 1970. 1.1, 1.3.1, 1.3.2.1, 1.3.2.2
- [2] K. Jousten. *Foundations of Vacuum Science and Technology*, chapter Calibration and standards. J. M. Lafferty chez John Wiley and Sons inc, New York, 1998. 1.1, 3.1, 3.2, 6.1.3, C.3
- [3] F. Boineau. "Étude, réalisation et caractérisation métrologique d'un fluxmètre gazeux à pression constante", Mémoire d'ingénieur : Conservatoire national des arts et métiers, 2011, 97pp. 1.2.2, 2.4, 3.5.2, 5, 5.3, 6.3.1, C.1, C.2, C.4
- [4] C. D. Ehrlich et S. A. Tison. Leak calibration service. *NIST Special Publication*, 250(30) :89, janvier 1992. 1.1
- [5] R. Gordon Livesey. *Foundations of Vacuum science and Technology*, chapter Flow of gases through tubes and orifices, pages 81–105. J. M. Lafferty chez John Wiley and son inc, New York, 1998. 1.3.2.1
- [6] F. Baron. "Contribution à la métrologie des très basses pressions absolues", Mémoire d'ingénieur : Conservatoire national des arts et métiers, 2002, 91pp. 1.3.2.2, 1.3.2.3, 3.3, 3.5.1, 4.1, 4.2, 4.3, 5.1, 6.1.3, 6.2.1, 6.4.3, D
- [7] R.P. Henry. *Cours de sciences et techniques du vide*. Société Française du Vide, 1970. 1.3.2.3
- [8] Li Detian, Cheng Yongjun, Feng Yan, Xi Zhenhua et Zhao Lan. Very low gas flow measurements for UHV/XHV and leak calibration. *Metrologia*, 50 :15–19, 2013. 1.3.2.4, 8.3

- [9] J.-C. Legras. *La mesure des pressions statiques*, page 254pp. Édition Chiron, 1986. 2
- [10] K. Jousten, M. Bergoglio, A. Calcatelli, J.-N. Durocher, J. Greenwood, R. Kangi, J.-C. Legras, C. Matilla et J. Setina. Result of the regional key comparison euromet.m.p-k1.b in the pressure range from 3×10^{-4} Pa to 0,9 Pa. *Metrologia*, 42, 2005. 2.3
- [11] A. Del Volta. "Mise au point de la méthode d'étalonnage par volumes d'expansion", Rapport de stage : Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aéro-techniques, 2000, 65pp. 3.1
- [12] L. Peksa, T. Gronych, M. Jérab, P. Repa, M. Vicar, Z. Krajicek, D. Prazak, F. Stanek et J. Tesar. Dynamic extension - a new principle for vacuum primary standard for UHV - range (10^{-6} - 10^{-10} Pa) calibration of hot cathode ionization gauges. *Vacuum*, 85 :1047 – 1051, 2011. 3.3
- [13] Site du BIPM : Bureau International des Poids et Mesures. Consulté le 1 novembre 2012, . URL <http://www.bipm.org/en/cipm-mra>. 3.4
- [14] Site du BIPM : Bureau International des Poids et Mesures. Consulté le 1 novembre 2012, . URL <http://kcdb.bipm.org>. 3.4
- [15] L. Peksa, T. Gronych, P. Repa, M. Vicar, Z. Krajicek, D. Prazak, F. Stanek et J. Tesar. Primary vacuum standard for uhv range - standing experience and present problem. *Journal of Metrology Society of India*, 24 :77 – 88, 2009. 3.4
- [16] K. E. McCulloh, S. Dittmann et C.R. Tilford. The National Bureau of Standards primary high-vacuum standard. *J. Vac. Sci. Technol.*, A6 :2853–2859, 1988. 3.4
- [17] K.H. Chung, S.S. Hong, Y.H. Shin, J.Y. Lim, S.K. Lee et Y. Woo. Hot cathode ionization gauge calibration with the KRISS ultra-high vacuum standards. *Metrologia*, 36 :675–679, 1999. 3.4

- [18] F. Baron. "Qualification des bâtis d'étalonnage en vide secondaire", Document interne LNE : UT-341, 1998. 4.1
- [19] D. Bentouati. "Développement et caractérisation de deux fluxmètres gazeux pour la mesure de faibles débits référencés à la pression atmosphérique", Mémoire d'ingénieur : Conservatoire national des arts et métiers, 2012, 134pp. 5, 5.3, 6.3.1, 8
- [20] K. Jousten et U. Becker. A primary standard for the calibration of sniffer test leak device. *Metrologia*, 46 :560–568, 2009. 5.3
- [21] K. Jousten. *Handbook of Vacuum Technology*, chapter Calibration of vacuum gauges, pages 706–709. Wiley and Sons inc, Berlin, 2008. 6.1, 6.1.3
- [22] Norme française NF ENV 13005. *Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure*, volume (GUM), chapter 4.3. AFNOR, Août 1999. 6.3.1, 7.1

Mise en œuvre de l'expansion continue
pour le raccordement en basses pressions absolues du
 μPa au mPa

le **cnam**

Résumé :

Pour améliorer les incertitudes de mesures des pressions absolues comprises entre $1,0 \mu\text{Pa}$ à $1,0 \text{mPa}$, le Laboratoire Commun de Métrologie (LCM) souhaite mettre en œuvre la méthode primaire dite de l'expansion continue. Au préalable, le fluxmètre gazeux à pression constante nécessaire à cette mise en œuvre a été conçu en 2010. L'enceinte d'étalonnage est équipée d'une conductance variable. La pression de référence générée en aval de la conductance est déduite de la mesure du flux gazeux injecté et de la pression en amont de la conductance ainsi que de la détermination de la valeur de celle-ci et du rapport de pressions établis. Dans ce *mémoire*, l'optimisation de la conductance est étudiée puis un bilan d'incertitudes détaillé sur la pression de référence générée avec la méthode de l'expansion continue est proposé à partir de la caractérisation métrologique de ses différentes composantes. L'étalonnage d'un manomètre à ionisation de type cathode chaude permet la comparaison de la méthode d'expansion continue avec la méthode utilisée jusqu'à présent, basée sur des étalons secondaires.

Mots clés :

Fluxmètre gazeux, Expansion continue, Métrologie, Conductance variable, Ultra-vide, Technique du rapport de pression, Manomètre à vide, Vide.

Abstract :

To improve uncertainty of absolute pressure measurements between $1,0 \mu\text{Pa}$ to $1,0 \text{mPa}$, the Joint Laboratory for Metrology (Laboratoire Commun de Métrologie or LCM) wishes to implement the primary method known as the continuous expansion method. Beforehand, the constant pressure gas flowmeter required for this implementation was designed in 2010. The calibration chamber is equipped with an adjustable conductance. The reference pressure generated downstream the conductance is deduced from the measurement of the injected gas flow and the pressure upstream the conductance and determined value of established conductance and pressure ration. In this *thesis*, the optimization of the adjustable conductance is studied and a detailed assessment of uncertainty of reference pressure generated with the continuous expansion method is proposed from the metrological characterization of its various components. Calibration of a hot cathode ionization gauge allows comparison of the continuous expansion method with the method used so far based on secondary standards.

Keywords :

Gas flowmeter, Continuous expansion, Metrology, Adujstable conductance, High-vacuum, Pressure ratio technique, Vacuum gauge, Vacuum.