

# Etalon primaire pour les débits de fuites de fluides frigorigènes

I. Morgado<sup>(1)</sup>, J.C. Legras<sup>(1)</sup> et D. Clodic<sup>(2)</sup>

<sup>(1)</sup> Laboratoire Nationale de Métrologie et d'Essais

1 rue Gaston Boissier – F 75724 Paris Cedex 15

<sup>(2)</sup> Centre d'Energétique et des Procédés

Ecole des Mines de Paris, 60, bld Saint-Michel – F 75272 Paris Cedex 06

## Résumé/Abstract

La détection des fuites est une activité de plus en plus réglementée, notamment dans l'industrie automobile et dans la réfrigération. Les équipements contenant des fluides frigorigènes doivent être régulièrement contrôlés en étanchéité avec des détecteurs qualifiés via des fuites frigorigènes non traçables à ce jour.

Un projet de développement d'une référence nationale pour les débits des fuites frigorigènes impliquant le Laboratoire National de Métrologie et d'Essais (LNE), le Centre d'Energétique et des Procédés (CEP) de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (ENSMP), l'Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie (ADEME) a été initié. Ce document présente la méthode, l'installation et les premiers résultats.

The leak detection is nowadays widely used in various fields as the automotive and the refrigeration industries. The leak tightness of installations charged with refrigerants must be controlled periodically by refrigerant detectors, qualified via refrigerant leaks. However the latter are not traceable yet.

Therefore, a project involving the Centre for Scientific and Industrial Metrology (LNE), the Centre for Energy and Processes (CEP) and the French Environment and Energy Management Agency (ADEME) was initiated to develop a national standard for calibrating refrigerant leaks. The following document presents the method, the achieved installation and the first results.

## Contexte

### Au niveau international

Le Protocole de Montréal relatif à des substances qui appauvrissent la couche d'ozone a amené à la fois à l'arrêt d'utilisation des CFC (en 1995 en Europe) et à l'arrêt progressif des fluides HCFC, entraînant l'utilisation de fluides hydrofluorés HFC mais aussi d'autres molécules comme le CO<sub>2</sub> qui n'appauvrissent pas la couche d'ozone.

Toutefois, les gaz HFC, à fort potentiel de réchauffement planétaire, sont concernés par le protocole de Kyoto négocié par les pays signataires en 1998. Ce protocole relatif aux gaz à effet de serre et signé par plus de 100 pays oblige à réduire et donc à contrôler les émissions de ces gaz.

### Au niveau de l'Union européenne

Au titre de la décision 2002/358/CE du conseil du 25 avril 2002 relative à l'approbation, au nom de la Communauté Européenne, du protocole de Kyoto, la communauté et ses états membres sont tenus de réduire de 8% au cours de la période 2008-2012 leurs

émissions de gaz à effet de serre, notamment une grande partie des gaz fluorés tels que le R-134a.

Le règlement européen n°842/2006 ayant pour objectif la réduction des gaz à effet de serre vise à une politique de contrôle en matière de confinement, d'utilisation, de récupération, d'étiquetage et d'élimination des produits et des équipements contenant ces gaz. Cela passe par un contrôle d'étanchéité, de tout équipement contenant plus de 3kg de fluide par du personnel certifié, la fréquence du contrôle variant en fonction de la charge de fluide.

## Méthode de contrôle d'étanchéité

En France, l'arrêté du 12 janvier 2000 spécifie la méthode de contrôle d'étanchéité des équipements frigorifiques et climatiques. Ce contrôle doit être effectué par un détecteur de fuite manuel avec une sensibilité de 5 g/an ou un contrôleur d'ambiance avec une sensibilité de 10 µmol/mol.

La qualification des détecteurs de fuite est définie par la norme française E 35-422 rédigée en 1999, qui sert à ce jour de base à la norme européenne EN 14624, parue en juillet 2005. Cette norme préconise l'utilisation de fuites calibrées de fluide frigorigène - R134a - dont le débit varie de 1 à 50 g/an [3]. La norme spécifie que les fuites devant être utilisées sont des fuites capillaires « qui doivent être étalonnées sur des étalons secondaires ». En outre, elle précise que ces étalons secondaires doivent être étalonnés par un étalon primaire. Cet étalon primaire dédié à l'étalonnage direct des fuites frigorigènes n'existe pas à ce jour.

Afin de permettre la mise en place d'une chaîne d'étalonnage de ces fuites calibrées, le LNE et le CEP ont développé dans le cadre d'un financement de l'ADEME une référence nationale à partir d'une méthode de détection infrarouge mise au point par le CEP.

## Objectifs

Le projet s'inscrit dans le cadre d'un programme de recherche et développement au sein du LNE. Il a donc été soumis à l'ANRT et s'inscrit à ce jour dans le cadre d'une thèse conjointement à l'ENSMP et au LNE.

Comme le prévoient les textes réglementaires, l'étalonnage des débits de fuites frigorigènes a pour objectif d'assurer une traçabilité des fuites utilisées pour la qualification des détecteurs de fuites manuels assurant les contrôles d'étanchéité périodiques obligatoires sur les installations frigorifiques et climatiques. Le projet vise donc à mettre en place une référence primaire basée sur une technique de détection par accumulation.

Le principe de mesurage a été développé par le C.E.P. La méthode consiste à mesurer la variation de la concentration du gaz émis par une fuite dans le temps, accumulée dans un volume fermé. Au cours de l'essai, une circulation continue entre l'enceinte d'accumulation et la cellule d'un analyseur de gaz constitué d'un spectromètre infrarouge photo-acoustique permet de mesurer l'élévation de la concentration en R134a ou en CO<sub>2</sub>.

Le projet prévoit également de mettre en place un banc de qualification des détecteurs de fuites et des contrôleurs d'ambiance en coopération avec le CEP. A partir de ces moyens, une analyse minutieuse du fonctionnement des détecteurs de fuites frigorigènes, et des phénomènes intervenant dans le transfert du fluide issu de la fuite vers l'élément capteur du détecteur, permettra d'établir les précautions à prendre lors des tests d'étanchéité.

Les différents composants de la référence ont été sélectionnés à partir de tests de performance. A partir de ces travaux préliminaires, la référence a pu être réalisée au CEP et livrée au LNE en février 2007. La qualification de la référence est en cours de réalisation. En particulier, les méthodes d'étalonnage du spectromètre photo-acoustique et du volume d'accumulation doivent être mises au point. Sur ces bases, les composantes d'incertitude de mesure des débits des fuites calibrées seront définies et validées par la comparaison avec des méthodes issues de l'expérience du LNE pour les fuites de référence d'hélium. La documentation complète du dossier métrologique sera établie en vue de l'obtention d'une accréditation COFRAC vers fin 2007.

## Méthode de mesures des débits de fuites frigorigènes

### Principe

La méthode consiste à mesurer la variation dans le temps  $t$  de concentration  $C$  de gaz émis par la fuite à étalonner dans un volume d'accumulation  $V$  fermé rempli préalablement en air reconstitué sec – composé de 20% d'oxygène et de 80% d'azote, avec une pureté de l'ordre de 99,99%. Le volume est à une pression  $P$  voisine de la pression atmosphérique et à une température voisine de 20°C. Le débit massique se déduit alors de la loi des gaz parfaits :

$$Q_m = \frac{M.V}{R} \cdot \frac{d\left(\frac{C.P}{T}\right)}{dt} \quad (1)$$

avec  $R$ , la constante des gaz parfaits,  $M$ , la masse volumique du gaz et  $T$  la température thermodynamique du gaz [1].

Chaque minute, un échantillon contenant le gaz accumulé – du R134a ou du CO<sub>2</sub> – dans le volume est prélevé par le spectromètre et analysé. Une fois la mesure de concentration effectuée, l'analyseur rejette l'échantillon dans le volume d'accumulation. La valeur de concentration obtenue est ensuite corrigée par des mesures simultanées de température et de pression. La variation dans le temps de la concentration du gaz étudié dans le volume fermé est établie par la méthode des moindres carrés. Une bonne connaissance du volume d'accumulation permet alors de calculer le débit massique.

### Intérêt de la méthode

Le premier intérêt de cette méthode est l'utilisation du gaz frigorigène lui-même comme gaz traceur. De fait, il s'avère que les étalons de débit de fuites hélium ne sont pas adaptés au cas des fuites de fluides frigorigènes. Les méthodes de mesure des débits de fuite hélium, qui existent à ce jour, sont considérées à juste titre comme des méthodes de mesure adaptées aux plus faibles débits se situant entre 10<sup>-14</sup> et 10<sup>-9</sup> mol/s. Pour ce domaine technique, des méthodes ont été mises au point dans plusieurs pays, comme par exemple une méthode par variation de pression au LNE [13] ou une méthode par variation de flux au NIST [12]. Les débits de fuites se situant entre 10<sup>-14</sup> et 10<sup>-9</sup> mol/s correspondent à des écoulements moléculaires typiques des systèmes sous vide avec la masse molaire comme paramètre

physique d'influence, tandis que les débits de fuites frigorigènes détectables par des détecteurs manuels ou les contrôleurs d'ambiance sont eux des débits de fuite dont l'écoulement est caractérisé par un régime visqueux. En outre, les débits de fuites frigorigènes sont de l'ordre de 10<sup>-9</sup> et 10<sup>-8</sup> mol/s, ce qui correspond à des débits massiques de l'ordre de 1 et 10 g/an. Typiquement, l'écart de pression en amont et en aval de la fuite est de l'ordre de 100 kPa, avec en aval une pression voisine de la pression atmosphérique. Le régime d'écoulement est donc laminaire. Le paramètre physique d'influence significatif est la viscosité. En raison des propriétés thermophysiques des fluides, les fluides frigorigènes de type HFC, comme le R134a, sont d'excellents gaz traceurs. En effet, la sensibilité de détection est d'autant plus grande que la viscosité du gaz est faible. Par exemple, la viscosité du R134a est inférieure de 30% à celle de l'hélium ([2], [4]).

Utiliser les fluides frigorigènes comme gaz traceur est en outre intéressant du fait des propriétés d'absorption de ces fluides dans l'infrarouge : la spectrométrie infrarouge constitue une voie offrant de multiples avantages. Contrairement à la spectrométrie de masse qui mesure un débit, la spectrométrie infrarouge mesure une concentration. Par conséquent, la spectrométrie infrarouge permet de mesurer une accumulation de gaz dans un circuit fermé. Or mesurer une variation de la concentration du gaz accumulé au lieu d'une concentration absolue permet de réduire les sources d'incertitudes – comme par exemple le décalage du zéro du spectromètre de gaz - et de faire diminuer les incertitudes en prolongeant le temps de mesure.

## Travaux préliminaires

La méthode de mesure des débits de fuites repose essentiellement sur la mesure de la variation de la concentration accumulée dans le volume fermé du banc - dit volume d'accumulation - et sur la connaissance du volume d'accumulation. En effet, la valeur de la pression peut raisonnablement être connue avec une incertitude de 10 Pa, soit un impact sur la mesure de la pression –voisine de la pression atmosphérique – de 0,010%. De même une température peut être connue à 0,10°C près, soit une incertitude relative de 0,034% dans une salle climatisée à 20°C. De ce fait, la conception du banc a porté en particulier sur les deux points clés suivants :

- le choix du spectromètre infrarouge, et
- la conception et la réalisation du volume étalon afin de mesurer le volume d'accumulation par la méthode dite des volumes d'expansion [9].

### Choix du spectromètre photo-acoustique

La méthode de mesure des débits de fuite consiste à mesurer la variation de la concentration dans le temps. Aussi les paramètres tels que la répétabilité et la linéarité des spectromètres sont-ils les plus pertinents. Une étude comparative prenant en compte ces paramètres a permis de mettre en avant les performances de l'analyseur photo-acoustique.

#### Description du spectromètre photo-acoustique

La méthode de détection se base sur un phénomène nommé l'effet photo-acoustique. L'effet photo-acoustique est l'émission d'une vibration par un échantillon de gaz dans un espace clos, émission provoquée par l'absorption du rayonnement issue d'une source de lumière modulée. Les molécules de gaz absorbent de la lumière infrarouge et se désolent en libérant de l'énergie cinétique ([6],[7]). Dans une cavité fermée, cela se traduit par une augmentation de la pression. Si la source infrarouge est pulsée, il y a création d'une onde acoustique dans la cavité. La pression acoustique créée est alors mesurée par des microphones.

Pendant une mesure, un échantillon est introduit dans un petit compartiment fermé hermétiquement, la cellule photo-acoustique (Fig. 1). Il est alors irradié par de la lumière pulsée à travers ce compartiment. Cette lumière est émise par une source infrarouge. Afin d'optimiser la puissance du rayonnement, un miroir ellipticoïdal est utilisé pour focaliser tout le rayonnement dans la fenêtre transparente de la cellule photo-acoustique. Enfin le rayonnement est modulé par un hacheur de faisceaux à 20 Hz et filtré à la longueur d'onde caractéristique du gaz mesuré : R-134a ou CO<sub>2</sub>. Lorsque la lumière est absorbée par l'échantillon gazeux, le gaz va se chauffer et se dilater, entraînant une augmentation de pression. La lumière irradiée étant transmise sous forme de pulsations, la chaleur est également émise sous forme de pulsations (effet photo-acoustique). L'échantillon émet alors des ondes de pression mesurées par un ou des microphones, si leur bande de fréquence se situe entre 20 Hz et 20 kHz, ce qui est le cas. Il suffit alors de traiter le signal pour connaître la concentration du gaz ciblé, après un étalonnage approprié [8].

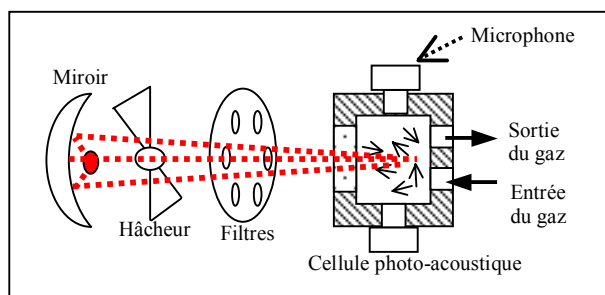


Fig. 1 : Schéma du spectromètre photo-acoustique.

### Modélisation de la détection

Une étude mécanique, énergétique et thermique du système permet d'établir une relation directement proportionnelle entre la pression acoustique et la concentration de l'échantillon :

$$p_{rms} = 2\sqrt{2} \times 0.85 \times \frac{(\gamma-1)}{\omega} \times |S| \cdot (\alpha \cdot \sin^2 \theta \cdot c) \cdot \int F(v-v_0) \cdot k(v) \cdot I_f \cdot L_v \cdot dv$$

L'intégrale  $\int F(v-v_0) \cdot k(v) \cdot I_f \cdot L_v \cdot dv$  est calculée par des méthodes numériques, à partir des spectres d'absorption. S décrit le comportement du système en basse fréquence et  $\theta$  est l'angle du cône de lumière.

Ainsi, il s'avère que la détection photo-acoustique est une méthode théoriquement directe et linéaire. Elle est d'autant plus linéaire que des microphones à condensateur sont utilisés. Les microphones à condensateur sont composés d'une mince membrane métallique suspendue au-dessus d'une plaque arrière rigide. Ceci forme un condensateur flexible. Lorsque les ondes sonores stimulent la membrane, la distance entre cette dernière et la plaque arrière rigide varie. Par conséquent, la capacitance varie. Cette variation de capacitance produit à son tour une variation de la tension. Le circuit associé convertit ces modifications de tension en un signal qui est envoyé à un préamplificateur. Les microphones sont utilisés en basse fréquence. Ils sont très linéaires, très stables et peu susceptibles à l'humidité. Ils sont en outre très sensibles : le bruit de fond électronique de l'appareil mesuré par un voltmètre est de 0,125 mV, ce qui correspond à une pression acoustique d'environ  $2,5 \times 10^{-6}$  Pa, alors que les pressions à mesurer sont de l'ordre de  $10^{-4}$ - $10^{-3}$  Pa.

### Détermination des performances

Afin de déterminer les performances du spectromètre, un mélangeur permet de maintenir une concentration connue de gaz par une dilution en amont du gaz étudié dans de l'air reconstitué. Pour une concentration étalon donnée, plusieurs mesures sont effectuées. La température ambiante dans le banc varie de 23 à

47°C. Comme la méthode de mesure des débits de fuite consiste à mesurer une variation de concentration dans le temps, l'étude s'est axée plus particulièrement sur les caractéristiques telles que la répétabilité et la linéarité des analyseurs.

Les résultats (Fig.2) montrent que la répétabilité de l'analyseur photo-acoustique est conforme au niveau annoncé par le fournisseur INNOVA. La répétabilité associées à 25 mesures est inférieure à la résolution de l'appareil, à savoir 10 nmol/mol. De même les résultats montrent que l'écart de linéarité du spectromètre photo-acoustique est de 0,011% de l'étendue de mesure qui nous intéresse, à savoir de 0 à 100 µmol/mol. Les résidus sont inférieurs à la résolution de l'analyseur. Les performances de l'analyseur de gaz sont telles que des changements de concentrations très faibles –entre 0 et 1,2 µmol/mol – sont parfaitement notables (cf. Fig.3).

Toutefois, les résultats affichés ne donnent que des résultats sur une gamme restreinte, à savoir 0 à 1,2 µmol/mol. Des mesures pour une concentration de 40 µmol/mol tendent à indiquer que les résultats sur la gamme 0 à 1,2 µmol/mol peuvent s'appliquer pour une gamme allant de 0 à 40 µmol/mol. L'étendue de mesure a été volontairement limitée à une gamme restreinte et faible, puisque l'objectif de cette étude était de déterminer le spectromètre le plus performant dans une gamme de concentrations la plus faible possible afin de déterminer les sensibilités des appareils allant de 0,010 à 0,5 µmol/mol. Optimiser la qualité des mesures des débits de fuites et le temps de mesure revient à choisir le spectromètre à la sensibilité la plus faible, et le plus linéaire. Les résultats obtenus ont permis d'établir que la détection infrarouge photo-acoustique était la plus adaptée à la méthode de mesure des débits de fuites frigorigènes.

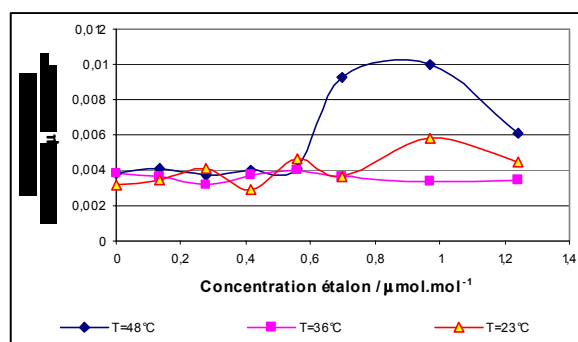


Fig. 2 : Détermination de la répétabilité d'un spectromètre photo-acoustique mesurant un échantillon de 0 à 1,20 µmol/mol de R134a (25 mesures).

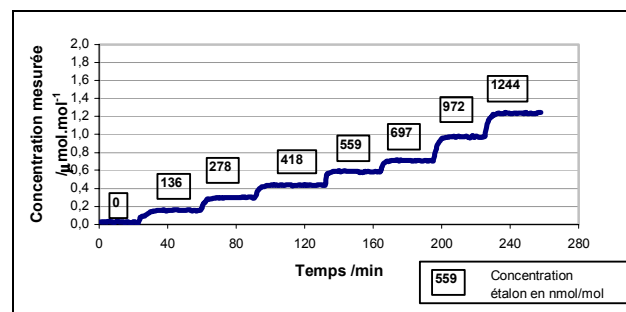


Fig. 3 : Mesures par un spectromètre photo-acoustique d'un échantillon de 0 à 1,20 µmol/mol de R134a.

cellule de 1 L. Par conséquent il est préférable que le volume étalon ait une capacité de l'ordre de 0,5 L.

## Développement du volume étalon

### Méthode des volumes d'expansion

Afin d'étalonner des fuites frigorigènes par la méthode d'accumulation et de détection infrarouge, il est nécessaire de mesurer aussi bien la variation de concentration que le volume d'accumulation de l'installation. Le volume d'accumulation comprend le volume de l'enceinte d'accumulation et le volume interne de l'analyseur. Il est envisagé de déterminer ce volume par la méthode des volumes d'expansion : une détente adiabatique du gaz contenu dans un des volumes est effectuée entre deux volumes initialement isolés par une vanne. En effet, la méthode des volumes d'expansion consiste à mesurer la pression et la température du volume d'accumulation  $V$  mis en surpression ( $P_0 ; T_0$ ) et la pression et la température du volume étalon  $V_e$  mis sous vide ( $P_{res} ; T_{res}$ ), puis à mesurer la pression et la température d'équilibre ( $P_e ; T_e$ ) des deux volumes après ouverture de la vanne. En négligeant les effets thermiques et les fuites résiduelles, la conservation de la masse gazeuse et la loi des gaz parfaits permet d'établir la relation suivante :

$$R = \frac{V}{V_e} = \frac{P_e - P_{res}}{P_0 - P_e} \quad (2)$$

Si l'un des deux volumes est connu, la valeur du second volume peut en être déduite. Un volume étalon a donc été conçu et réalisé par le LNE à cet effet.

### Description du volume étalon

Afin d'étalonner par mesures dimensionnelles le volume étalon, sa géométrie se doit d'être très simple. Elle a donc été choisie cylindrique, ce qui permet un étalonnage et un calcul simplifié du volume. Sa capacité optimale dépend essentiellement de l'ordre de grandeur des pressions mises en jeu et du volume d'accumulation.

Comme l'analyseur de gaz est compris dans le volume d'accumulation, la pression dans le volume d'accumulation doit obligatoirement être comprise dans la gamme acceptable par l'instrument de sorte qu'il ne soit pas détérioré. Aussi la pression doit-elle être comprise théoriquement entre 90 kPa et 110 kPa. Ainsi, en fixant les pressions initiale et finale dans le volume d'accumulation, une simulation des composantes d'incertitude des pressions sur le rapport des volumes permet d'établir à partir de la relation (2) que le rapport optimal théorique des deux volumes est de 4,3 pour une pression initiale dans le volume étalon de 5,3 kPa.

Le volume optimal de l'étalon est donc environ quatre fois inférieur au volume d'accumulation. Sachant que le temps de réponse est inversement proportionnel au volume d'accumulation, il est intéressant de limiter le volume. Le banc d'étalonnage des débits de fuites vise à étalonner des fuites de 1 g/an à 50 g/an. En considérant une fuite de 1 g/an, il faudrait un peu plus de 2 minutes pour atteindre une concentration de 1  $\mu\text{mol/mol}$  pour un volume de 1 L, environ 4 minutes pour un volume de 2 L, et environ 11 minutes pour un volume de 5L. En considérant une fuite de 50 g/an, il faudrait environ 6 minutes pour atteindre une concentration de 150  $\mu\text{mol/mol}$  pour un volume de 1 L, environ 13 minutes pour un volume de 2 L. Or l'analyseur photo-acoustique est linéaire sur l'étendue de mesure 0,015 à 150  $\mu\text{mol/mol}$  et effectue une mesure en moyenne toutes les minutes. De ce fait, un volume d'une valeur nominale de 2 L a été préféré à un volume de 1 L, puisqu'il permet pour une fuite de 50 g/an d'effectuer au moins une dizaine de mesures dans l'échelle de linéarité de l'analyseur de gaz, contrairement à une

## Description de la référence

La référence (Fig. 4) comprend :

- un spectromètre photo-acoustique,
- une enceinte d'accumulation d'une capacité nominale de 2 L,
- un ensemble d'alimentation en air reconstitué,
- une pompe à vide.

Le banc peut être divisé en 4 circuits.

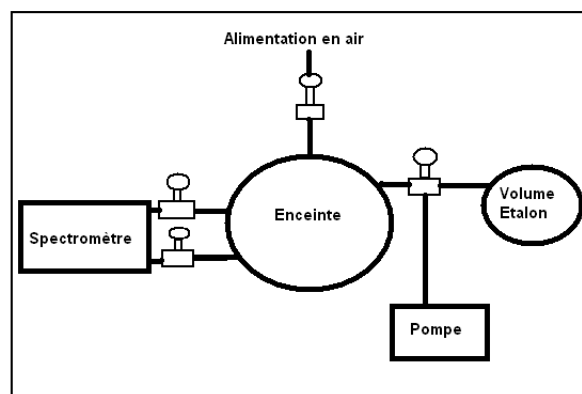


Fig. 4 : Schéma fluide de la référence.

### Description des circuits

#### Circuit de mesure

Le circuit de mesure représente tous les éléments de mesure du banc reliés à l'enceinte de mesure, en particulier le circuit lié au spectromètre photo-acoustique et isolé de l'enceinte de mesure par deux vannes. Ce circuit représente le volume d'accumulation.

#### Circuit d'alimentation en air reconstitué

Le circuit d'alimentation en air reconstitué est isolé de l'enceinte par une vanne. Ce circuit a pour premier rôle d'assurer la mise sous pression des circuits fluidiques à une pression voisine de la pression atmosphérique, tout en assurant une ambiance non polluée composée essentiellement d'air reconstitué, en particulier absence de  $\text{H}_2\text{O}$  et de  $\text{CO}_2$ .

#### Circuit de mise sous vide

Le circuit de mise sous vide du volume d'accumulation (ou de l'enceinte de mesure uniquement) et/ou du volume étalon comprend une pompe à vide sèche et est délimité par une vanne qui isole la pompe à vide du volume étalon et de l'enceinte de mesure.

Ce circuit a un double objectif :

- mettre sous vide le volume étalon lors de l'étalonnage du volume d'accumulation par la méthode des volumes d'expansion,
- évacuer les impuretés des circuits pneumatiques de la référence.

#### Circuit d'étalonnage du volume d'accumulation

Le circuit d'étalonnage du volume d'accumulation permet l'étalonnage du volume d'accumulation par la méthode des

volumes d'expansion. Il relie les deux volumes, isolés l'un de l'autre par un jeu de vanne.

$$C = \frac{\pi}{128} \cdot \frac{D^4}{\eta L} \cdot P + \frac{1}{6} \cdot \sqrt{\frac{2\pi \cdot kT}{N_s \cdot M}} \cdot \frac{D^3}{L} \cdot \left[ \frac{1 + \sqrt{\frac{N_s \cdot M}{kT} \cdot \frac{D}{\eta} \cdot P}}{1 + 1,24 \cdot \sqrt{\frac{N_s \cdot M}{kT} \cdot \frac{D}{\eta} \cdot P}} \right]$$

## Description d'une mesure de débit de fuite

Avant toute mesure, la fuite à mesurer est connectée au volume d'accumulation. La fuite débite donc dans le volume. Ce dernier est alors rincé : la pompe à vide est mise en route et met l'enceinte d'accumulation sous vide. Ensuite, le circuit d'alimentation en air permet de régler la pression dans l'enceinte à une pression proche de la pression atmosphérique. Le volume d'accumulation est ainsi rempli d'air reconstitué sec. Après un temps de stabilisation de la fuite, les mesures sont lancées.

Le temps, la température, la pression et la concentration sont enregistrés à la fréquence de mesure de l'analyseur, soit en moyenne toutes les minutes. Ces données permettent donc de calculer via l'équation (1) le débit massique au niveau de la fuite connectée.

## Qualification de la référence

### Méthode d'étalonnage du spectromètre photo-acoustique

Deux méthodes sont envisagées pour étalonner le spectromètre photo-acoustique. La première considère la concentration comme mesurande. Le mesurande est donc une grandeur similaire à celle mesurée par le spectromètre. L'étalonnage s'inspire de la méthode ayant permis d'évaluer les performances des spectromètres sur le marché. Plusieurs concentrations étalons du gaz considéré sont introduites dans le volume d'accumulation et sont mesurées par le spectromètre. Une modélisation polynomiale de la concentration mesurée en fonction de la concentration étalon peut alors être établie, sur une étendue de 0 à 100 µmol/mol.

La seconde méthode consiste à comparer le débit d'une fuite étalonnée par une autre méthode au débit mesuré par la référence. L'étalonnage serait alors indirect. La mise au point de ce type d'étalonnage se basera essentiellement sur les méthodes d'étalonnage des fuites capillaires hélium et sur la possibilité d'adaptation de ces méthodes aux fuites capillaires frigorigènes. Un projet Euromet est actuellement mené entre l'INRIM (Istituto Nazionale di Ricerca Metrologica) et le LNE afin d'établir une méthode de conversion d'une mesure des débits de fuite d'un gaz A -tel que l'hélium - en un débit de cette même fuite débitant un autre gaz B tel qu'un gaz frigorigène.

Cette méthode de conversion exige la connaissance du régime d'écoulement. Certes, dans le cas d'un régime moléculaire, la conversion est clairement établie. Mais ce n'est pas le cas du régime intermédiaire qui est peu connu [11]. La formule de Knudsen décrit une influence aussi bien de la masse molaire que de la viscosité dans un régime intermédiaire. Peu d'études ont été menées dans ce domaine et la plupart se basent sur la relation de Knudsen [10] :

Le comportement des fuites dans un régime intermédiaire est encore trop peu connu. Le premier objectif du projet est d'échanger des informations à propos des équipements développés à cet effet et des mesures de débits de fuites disponibles, et de vérifier la cohérence sur quelques mesures entre les deux laboratoires. Un programme sera ensuite établi pour optimiser les efforts.

### Etalonnage du volume étalon

L'étalonnage a consisté à déterminer les dimensions nécessaires à l'obtention d'un volume, à savoir le diamètre et la hauteur, et d'estimer les composantes d'incertitudes, notamment les incertitudes associées à l'étalon, les incertitudes associées à la planéité et à la cylindricité. Il a été réalisé dans une salle climatisée à 20°C (± 0,5°C) à l'aide d'une machine de mesure tridimensionnelle raccordée aux étalons nationaux.

Le volume total est décomposé en plusieurs éléments (Fig. 5) :

- le cylindre principal dont le tableau 1 présente le budget des incertitudes,
- le volume de la connexion entre le volume étalon et un manomètre,
- le volume ajouté de la connexion entre le volume étalon et le volume à mesurer.

L'étalonnage consiste à déterminer les paramètres géométriques permettant le calcul du volume. En ce qui concerne le diamètre de cylindre, sa valeur est prise à plusieurs hauteurs, afin de refléter la cylindricité du volume. L'opérateur effectue un premier repérage et détermine une surface virtuelle plane de référence modélisant une face du cylindre. L'écart de diamètre en tout point du cylindre est alors déterminé par rapport au diamètre de référence après palpation de l'élément géométrique. En ce qui concerne la hauteur du cylindre, deux mesures sont effectuées : une en palpant la face inférieure du cylindre, la face supérieure démontée ; l'autre en palpant la face supérieure du cylindre, la face inférieure démontée.

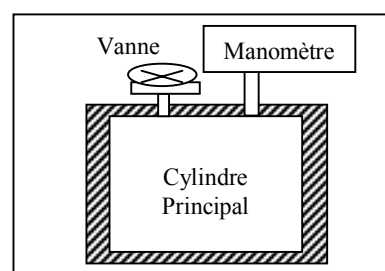


Fig. 5 : Schéma du volume étalon

A titre d'exemple, le tableau 1 présente le budget d'incertitudes du cylindre principal. L'étalonnage dimensionnel permet d'estimer le volume étalon à 509,56 cm<sup>3</sup> avec une incertitude relative de 9,1 x 10<sup>-4</sup> (k=2).

Tableau 1 : Budget des incertitudes du « cylindre principal » du volume étalon.

Cylindre principal					
COMPOSANTES	Δxi	loi	u <sub>xi</sub>	Ci	u <sub>v</sub>
Incertitude sur le diamètre	3,4 µm	2	1,7 µm	12320 mm <sup>2</sup>	21 mm <sup>3</sup>
Ecart de cylindricité	11 µm	3	3,7 µm	12320 mm <sup>2</sup>	45 mm <sup>3</sup>
Incert sur la détermination de la hauteur	10 µm	2	5,0 µm	5346 mm <sup>2</sup>	27 mm <sup>3</sup>
Incert sur la détermination de la planéité	1,5 µm	2	0,75 µm	5346 mm <sup>2</sup>	4,0 mm <sup>3</sup>
Planéité face supérieure	7 µm	√3	4,0 µm	5346 mm <sup>2</sup>	22 mm <sup>3</sup>
Planéité face inférieure	47 µm	√3	27 µm	5346 mm <sup>2</sup>	145 mm <sup>3</sup>
Ecart sur la définition des 2 plans de référence	24 µm	√3	14 µm	5346 mm <sup>2</sup>	74 mm <sup>3</sup>
Dilatation thermique (inox 316L : α = 16.10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup> ) (étendue de 1°C sur la température)	1 K	√3	0,58 K	24,4 mm <sup>3</sup> .K <sup>-1</sup>	14 mm <sup>3</sup>

## Étalonnage du volume d'accumulation : premiers résultats

Une fois le volume étalon qualifié, il reste à mettre au point la méthode d'étalonnage du volume d'accumulation. Deux aspects de la méthode des volumes d'expansion n'apparaissent pas dans l'équation (2) : l'étanchéité imparfaite de la référence remettant en cause l'aspect de conservation de la matière et les effets thermiques.

Avant la détente, une compression est effectuée dans le volume d'accumulation de sorte que la pression soit légèrement supérieure à la pression atmosphérique. Le volume étalon est quant à lui mis en dépression. Un délai de stabilisation des deux pressions est pris en compte. Une fois les deux pressions stabilisées, elles sont mesurées et leurs valeurs sont prises à l'ouverture de la vanne.

Après la détente, la température dans le volume d'accumulation chute et la température dans le volume étalon augmente. Pour maîtriser la valeur du volume étalon, la mesure de la température dans le volume étalon n'est pas mesurée. Seule la température au niveau de la paroi est mesurée. Le gain en température n'est alors pas significatif. Une correction en température n'est donc pas possible tant que l'équilibre thermique du gaz dans les deux volumes n'est pas atteint. Les mesures de pression et de température ne peuvent donc être prises en compte qu'après stabilisation de la pression et de la température. Un exemple est fourni Fig. 6.

Toutefois, plus la stabilisation est longue, plus la conservation de la masse peut être remise en cause. Il est donc nécessaire de modéliser la variation de la pression  $P$  et de la température  $T$  afin d'établir la valeur du rapport  $P/T$  à l'ouverture de la vanne. Une étude thermique et des essais sont actuellement en cours pour valider cette méthode et établir les composantes d'incertitude. Les premiers résultats obtenus tendent à estimer le volume à 2,16 L avec une reproductibilité de l'ordre de 0,10 %.

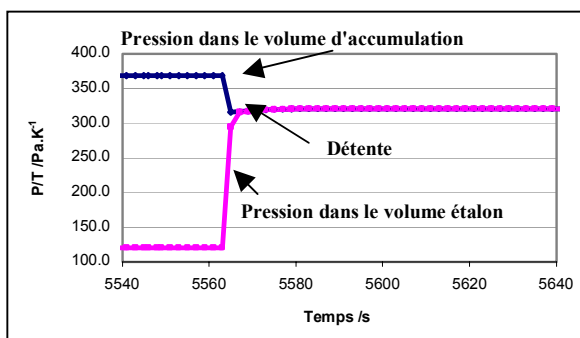


Fig. 6 : Résultats d'un étalonnage du volume d'accumulation avant et après détente.

## Conclusion et perspectives

Sur les bases présentées dans ce document, les composantes d'incertitude de mesure des débits des fuites calibrées seront définies et validées par la comparaison avec des méthodes issues de l'expérience du LNE pour les fuites de référence d'hélium. Le LNE sera en mesure de proposer début 2008 des prestations d'étalonnage des fuites de référence au service des utilisateurs ou des réparateurs d'installations frigorifiques afin de répondre aux exigences des textes réglementaires.

Comme le prévoient ces textes, l'étalonnage des débits de fuites frigorigènes a pour objectif d'assurer une traçabilité des fuites utilisées pour la qualification des détecteurs de fuites manuels assurant les contrôles d'étanchéité périodiques obligatoires sur les installations frigorifiques et climatiques. Le projet prévoit également de mettre en place un banc de qualification des détecteurs de fuites et des contrôleurs d'ambiance. A partir de ces moyens, une analyse minutieuse du fonctionnement des détecteurs de fuites frigorigènes, ainsi que des phénomènes intervenant dans le transfert du fluide issu de la fuite vers l'élément capteur du détecteur, permettra d'établir les précautions à prendre lors des tests d'étanchéité.

Les études entreprises sur le comportement des fuites, en particulier en fonction de la nature du fluide, et sur le fonctionnement des détecteurs de fuite et d'ambiance, devraient déboucher en 2008 sur des propositions dans le domaine normatif, pour confirmer ou amender les textes existants, en proposer d'autres.

## Références

- [1] N. Torbey, D. Clodic, Méthode d'étalonnage sur un étalon primaire des fuites calibrées permettant la vérification des performances des détecteurs de fuites des fluides frigorigènes, ADEME (01 74 084/11243), décembre 2002.
- [2] D. Clodic, N. Torbey, F. Fayolle, "Qualification des détecteurs de fuite – Etalonnage des fuites calibrées", dans Colloque à effet de Serre III, 2002.
- [3] D. Clodic, "Measurement and Control of Refrigerant Leaks", dans AICARR Conference, 2000.
- [4] D. Clodic, Zero Leaks, ASHRAE, 1998, ch.6, pp89-94.
- [5] F. André, "Spectroscopie photo-acoustique", dans les Techniques de l'Ingénieur, Traité Mesures et Contrôles.
- [6] S. Schäfer, A. Miklós, P. Hess, "Photo-acoustic Spectroscopy, Theory", dans Encyclopedia of Spectroscopy & Spectrometry, Lindon J, Tranter G, Holmes J, Eds, 1999, pp. 1815-1822.
- [7] A. Rosencwaig, Photo-acoustics and photo-acoustic spectroscopy, John Wiley & Sons, 1980, ch3-4, pp.15-41.
- [8] J. Christensen, The Brüel & Kjaer Photo-acoustic Transducer system and its Physical Properties, Danemark: The Brüel & Kjaer Technical Review, 1990, n°1, pp. 4-19.
- [9] J.D. Wright, A.N. Johnson, M.R. Moldover, "Design and Uncertainty Analysis for a PVTt Gas Flow Standard", Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology, Vol. 108, n°1, pp. 21-47, Jan/Fev 2003.
- [10] J.Delafosse, G. Mongodin, Les Calculs de la Technique du Vide, Société Française des Ingénieurs et Techniciens du Vide, 1961, ch.3, pp 29-35.
- [11] M. Bergoglio, G. Brondino, A. Calcatelli, G. Raiteri, G. Rumiano, "Mathematical model applied to the experimental calibration results of a capillary standard leak", dans Flow Measurement and Instrumentation, Vol. 17, pp. 129–138, 2006.
- [12] C. D. Ehrlich, S. A. Tison, "NIST Leak Calibration Service", dans NIST Special Publication, n°250-38.
- [13] J.C. Legras, J. LE Guinio, "L'étalonnage des fuites de référence au BNM/LNE", dans le 8ème Congrès International de Métrologie, 1997