

L'OR PLATINE : ALLIAGE D'AVENIR DE LA METROLOGIE DES MASSES ? UTILISATION POSSIBLE POUR LA BALANCE DU WATT

Z. Silvestri*, G. Genevès**, A. Gosset***, P-A. Meury*** et P. Pinot*

* BNM-INM/Cnam, 292 rue Saint-Martin, 75141 Paris Cedex 03

** BNM-LNE/LAMA, 33 avenue du Général Leclerc, 92260 Fontenay aux Roses

*** BNM-LNE, 1 rue Gaston Boissier, 75724 Paris Cedex 15

Résumé

En 2000, le Bureau National de Métrologie (BNM) a décidé de développer une nouvelle expérience dite de « balance du watt » permettant de relier l'unité de masse à la constante de Planck. Parmi les options retenues pour réaliser le dispositif expérimental, le choix de la masse de transfert est particulièrement important. Cette masse sera très proche d'un circuit magnétique délivrant une induction de 1 T. Ainsi, le matériau constituant la masse de transfert doit non seulement avoir une susceptibilité magnétique volumique la plus faible possible (de l'ordre de 10^{-5}) mais en plus présenter toutes les propriétés indispensables aux alliages de la métrologie des masses. Certains alliages or-platine semblent satisfaire ces critères.

Abstract

In 2000, the Bureau National de Métrologie (BNM, France) decided to develop a new watt balance experiment to connect mass unity to the Planck's constant. Among numerous design studies, the choice of the transfer mass is particularly important. Because of the proximity to a source of high magnetic intensity (1 T), this mass must have a volume magnetic susceptibility as weak as possible (in order to 10^{-5}). Gold-platinum alloys seem to correspond to this requirement as well as to additional criteria concerning density and hardness values making it a possible candidate for mass standard realization.

Introduction

Le Bureau National de Métrologie (BNM) a décidé en 2000 de développer une nouvelle expérience de balance du watt [1] sur les bases des expériences réalisées au National Physical Laboratory (NPL, Royaume-Uni) [2,3], au National Institute of Standards and Technology (NIST, Etats-Unis) [4,5] et plus récemment au Swiss Federal Office of Metrology and Accreditation (METAS, Suisse) [6,7]. Parmi les options de réalisation du dispositif expérimental (aimant, cellule de pesage, système de translation...), le choix de la masse de transfert est particulièrement important. Cette masse sera située à quelques dizaines de centimètres d'un circuit magnétique délivrant une forte induction. Elle sera donc soumise au champ résiduel de ce dernier. Afin de réduire les forces parasites, le matériau constituant la masse de transfert doit non seulement avoir une susceptibilité magnétique volumique la plus faible possible (de l'ordre de 10^{-5}) mais aussi toutes les propriétés indispensables aux alliages de la

métrologie des masses pour la réalisation de références (platine iridié, acier inoxydable, Alacrite XSH).

En raison d'une susceptibilité magnétique relative importante, les alliages de la métrologie des masses sont à éviter pour la balance du watt du BNM.

L'or pur possède une susceptibilité magnétique suffisamment faible mais est un matériau trop mou et difficile à usiner, à polir et à manipuler. Certains alliages or-platine semblent correspondre à nos exigences en terme de susceptibilité magnétique, de dureté et de masse volumique. Mais d'autres aspects importants entrent en jeu comme la stabilité de cette masse à court et long-terme.

Cet article présente, tout d'abord, les raisons qui ont poussées à la recherche d'un nouvel alliage utilisable pour la balance du watt du BNM. Ensuite, après un bref rappel des critères de choix d'un tel alliage, nous présenterons les différentes études qui ont été effectuées jusqu'à présent sur cet alliage afin qu'il soit utilisé pour la réalisation de la masse de transfert et éventuellement d'étalon de masse dans le futur.

Matériaux utilisables pour la balance du watt

Rappels du principe d'une balance du watt

Tout d'abord, il est nécessaire de rappeler brièvement le principe de base d'une balance du watt afin de mieux comprendre le choix du matériau qui permettra la réalisation d'étalons de masse pour cette expérience. Le principe de base, développé par Kibble en 1976 [8], permet de relier l'unité de masse à des constantes fondamentales de physique en comparant une puissance électrique à une puissance mécanique. Cette comparaison n'est pas directe : elle se divise en deux séquences de mesures. La première est statique et consiste à équilibrer à l'aide d'une balance une force gravitationnelle et une force électromagnétique provenant d'une bobine parcourue par un courant soumis à un champ d'induction magnétique créée par un aimant permanent ou supraconducteur. Pendant la seconde étape dite dynamique, la bobine en boucle ouverte est en mouvement dans ce même champ et on mesure la tension induite aux extrémités de la bobine. Par conséquent, l'étalon de masse utilisé pour générer la force gravitationnelle ne doit pas interagir avec le champ magnétique. Ce point est très important dans le cas où le champ magnétique ne serait pas totalement confiné dans la région autour de la bobine.

Autour de l'étalon, l'intensité magnétique n'est pas nulle bien qu'il soit possible de la réduire avec un écran ou des bobines de Helmholtz. Dans l'expérience du BNM, le champ magnétique restera essentiellement

confiné entre les 2 pôles de l'aimant permanent (induction magnétique de l'ordre de 1 T). La masse de transfert se situera entre quelques dizaines de centimètre et un mètre et malgré un écran magnétique, il pourra subsister un faible champ résiduel autour de la masse de l'ordre de 10^{-3} T qui induira alors, dans le cas le plus pessimiste, une erreur de 25 μg pour une masse de 1 kg en platine iridié. En comparaison, l'utilisation d'une masse de 1 kg en or platiné diviserait cette erreur par un facteur 10.

Critères de choix

De part la conception de cette balance du watt, la masse de transfert doit satisfaire à un critère principal : celui d'une susceptibilité magnétique aussi faible que possible. De plus, la masse de transfert doit être connue sous vide avec une incertitude relative inférieure à 10^{-8} et doit être stable avec au moins le même ordre de grandeur. Les pesées sous vide, on notamment l'avantage d'éliminer la poussée de l'air et les effets de convection.

La première des caractéristiques habituelles des matériaux utilisés pour les étalons de masse concerne la dureté de l'alliage qui de préférence doit être supérieure à 180 vickers. Ceci permet de faciliter le polissage ou l'usinage (polissage à l'aide d'une poudre diamantée ou usinage à l'aide d'un outil diamant) pour atteindre une surface aussi lisse que possible. D'autres part, une bonne dureté réduit les risques d'altération dus à la manipulation des masses.

De plus, en terme de masse volumique, il est indispensable qu'elle soit la plus grande possible voire très proche de celle du platine iridié (21500 kg.m^{-3}) afin de limiter la surface active et les phénomènes de sorption lors de pesées dans l'air.

Le coefficient de dilatation volumique sera le plus faible possible afin de réduire l'influence des variations de température sur la connaissance du volume de l'étalon. La conductivité thermique doit être la plus forte possible (de préférence supérieure à $50 \text{ J.m}^{-1}.\text{s}^{-1}.\text{K}^{-1}$) afin de minimiser l'erreur sur la connaissance de la température de l'étalon durant les pesées dans l'air. La conductivité électrique doit être suffisante afin d'éviter l'accumulation de charges électrostatiques.

Enfin le dernier critère influant sur la stabilité à long-terme de la masse est celui de l'homogénéité de l'alliage qui ne doit pas comporter de porosité, de cavité ni de gaz occlus.

Choix de l'alliage

L'alliage recherché doit donc tenir compte des différents critères de choix énumérés précédemment et en particulier le critère de susceptibilité magnétique. Les alliages pour des étalons primaires et secondaires de la

métrologie des masses, le platine iridié (Pt-10%Ir), l'Alacrite XSH (CoCr20Wni) et l'acier inoxydable austénitique ne peuvent être utilisés pour la balance du watt du BNM en raison d'une susceptibilité magnétique trop importante. Le tableau 1 [9] présente un comparatif des principales caractéristiques des alliages utilisés pour réaliser un étalon ou susceptibles de l'être.

Tableau 1 – Principales caractéristiques des alliages utilisés pour réaliser un étalon ou susceptibles de l'être.

<i>Matériau</i>	<i>Susceptibilité magnétique</i>	<i>Masse volumique (kg.m^{-3})</i>	<i>Dureté (Vickers)</i>
Acier inoxydable	$+ 3,0 \times 10^{-3}$	8000	180-220
Alacrite XSH	$+ 1,3 \times 10^{-3}$	9150	280
Platine iridié	$+ 2,4 \times 10^{-4}$	21500	180
Or platiné	$- 2,5 \times 10^{-5}$	19000	180-220
Or pur	$- 3,4 \times 10^{-5}$	19300	25-80

L'or pur semble être un matériau intéressant de part sa susceptibilité magnétique de l'ordre de 10^{-5} en valeur absolue. Malheureusement, sa dureté variant de 25 à 80 Vickers selon le traitement thermique appliqué ne permet pas une manipulation aisée. Par exemple, le NIST a fabriqué deux cylindres d'or pur totalisant 1 kg [10] et le METAS a utilisé des cylindres de 100 g de ce métal [6,11]. Ces deux laboratoires ont quasiment abandonné, dans le cadre de leur balance du watt, l'utilisation de ces masses en raison des nombreux risques de détériorations lors de la manipulation. En 1997, le NPL [3] a testé un kilogramme réalisé en cuivre très pur recouvert par une fine couche d'or. En 1999, la société Johnson Matthey réalise un alliage or platiné (Au-10%Pt) pour le METAS. Cependant, cet alliage n'a pas donné satisfaction en raison d'une homogénéité insuffisante.

Enfin, sur les conseils de Richard Davis du BIPM, le BNM prend contact avec la société suisse Qualident SA, un fabricant d'alliages dentaires en or-platiné pouvant garantir une homogénéité suffisante avec une dureté de l'ordre de 200 Vickers et une faible susceptibilité magnétique.

Présentation de l'alliage

La première étape a consisté à choisir les alliages, parmi la gamme des alliages or-platine proposée par la société Qualident. Cinq alliages or-platine, désignés par leurs noms commerciaux (Bioceram 1, Bioceram 2, Bioceram 3, Bioceram 4 et Bioimplant 1) ont ainsi été sélectionnés. Leur composition chimique ainsi que leurs principales propriétés physiques sont consignées dans le tableau 2. Les alliages choisis possèdent tous une forte

Tableau 2 – Composition chimique et propriétés physiques de cinq alliages en or platine

Désignation	Composition chimique (en masse, proportion en pour mille)											Propriétés physiques		
	Au	Pt	Pd	Ir	Ru	Rh	Mn	In	Zn	Fe	Ta	Elasticité (N.mm ⁻²)	Masse volumique (kg.m ⁻³)	Dureté (Vickers)
<i>Bioceram 1</i>	860	114	0	1	8,5	0	0	15	0	0	1,5	100000	19 000	180
<i>Bioceram 2</i>	885	96,8	0	0,2	2	0	0	0	15	1	0	100000	19 000	230
<i>Bioceram 3</i>	865	115	0	1	0	2	1	0	14	1	1	95000	19 000	210
<i>Biocéram 4</i>	844	106	25	1	0	0	0	0	22	1	1	98000	18 500	225
<i>Bioimplant 1</i>	776	196	0	1	0	0	0	0	21	0	6	95000	19 000	220

masse volumique proche de celle du platine iridié. Ceci pourra faciliter un éventuel raccordement.

Du point de vue de la fabrication, nous avons demandé au fabricant d'adapter la coulée de ces alliages afin d'obtenir un alliage le plus homogène possible. Ainsi, la fabrication des futurs échantillons sera réalisée à partir d'une technique de base dite de « cire perdue ». La fabrication se termine par différents traitements thermiques afin d'atteindre l'homogénéité et la dureté voulues.

Mesure de la susceptibilité magnétique

Principe de la mesure

Le principe de la méthode, développé au BIPM par Richard Davis [12,13], repose sur la mesure de la force exercée entre l'échantillon dont on veut déterminer la susceptibilité magnétique et un aimant à l'aide d'une microbalance. Pour cela, on pose un aimant sur le plateau d'une balance (5 g de portée ; 1 µg de résolution) et on place l'échantillon à étudier au-dessus de l'aimant sur un support en duralumin. La variation de masse indiquée par la balance est convertie en susceptibilité magnétique volumique en tenant compte de la géométrie de l'échantillon, de la distance échantillon-aimant, du moment magnétique de l'aimant et de l'accélération locale de la gravité.

Résultats

Echantillons Les mesures se sont déroulées en deux étapes sur deux formes d'échantillons :

- des plaquettes de dimensions (17 × 7 × 0,5) mm ;
- des cylindres de 10 mm de hauteur et de diamètre.

Mesures La détermination de la susceptibilité magnétique sur chacune des cinq plaquettes a permis de donner une première estimation de la susceptibilité en raison d'une forme des échantillons peu adaptée aux mesures. Au terme de ces mesures, l'alliage Bioceram 4, présentant une susceptibilité magnétique six à sept fois supérieure aux quatre autres alliages, est écarté du choix final.

Afin d'affiner les résultats, des mesures ont été réalisées sur des petits cylindres plus adaptés au susceptomètre utilisé. Le tableau 3 montre que deux types d'échantillons se dégagent : les alliages Bioceram 1 et Bioimplant 1 sont diamagnétiques (susceptibilité

magnétique négative) et les alliages Bioceram 2, Bioceram 3 et Bioceram 4 sont paramagnétiques (susceptibilité magnétique positive). On remarquera que ces trois derniers alliages contiennent tous un infime pourcentage de fer. Au terme de cette étude de susceptibilité magnétique, le choix se porte sur les alliages diamagnétiques c'est-à-dire les alliages Bioceram 1 et Bioimplant 1. Les raisons de ce choix, notamment en raison du fer présent dans la composition de l'alliage, ont longuement été abordées dans la référence [14].

Tableau 3 – Susceptibilité magnétique moyenne de cinq alliages en or platine

Désignation	plaquette	cylindre
Bioceram 1	- 1,5 × 10 ⁻⁵	- 2,7 × 10 ⁻⁵
Bioceram 2	+ 2,2 × 10 ⁻⁵	+ 1,3 × 10 ⁻⁵
Bioceram 3	+ 8,8 × 10 ⁻⁵	*
Bioceram 4	+ 1,4 × 10 ⁻⁵	+ 1,3 × 10 ⁻⁵
Bioimplant 1	- 1,2 × 10 ⁻⁵	- 2,3 × 10 ⁻⁵

5. Conclusion

Dans ce document, nous avons vu que seuls les critères de dureté, de masse volumique et de susceptibilité magnétique ont été validés pour la réalisation possible d'un étalon de masse ou d'une masse de transfert en or platine pour la balance du watt. Les prochaines étapes permettront de vérifier l'homogénéité et la stabilité à court et long-terme de l'alliage par :

- des études métallographiques (homogénéité de l'alliage, profil de dureté,...) ;
- des études topographiques ;
- des études d'adsorbabilité des solvants de nettoyage ;
- des études de désorption des contaminants de surface ;
- des études physico-chimiques (liaison chimique, profondeur de la couche de contaminant,...) par des techniques spectroscopiques et spectrométriques ;
- des études gravimétriques (passage air-vide, influence du nettoyage).

Ces études seront principalement réalisées dans les différents laboratoires du BNM avec la collaboration de nombreux laboratoires nationaux et internationaux.

Références

- [1] M. Lecollinet, C. Bordé, M. Chambon, A. Clairon, M. Coorevits, N. Felton, G. Genevès, A. Gosset, P. Juncar, P. Pinot et F. Platel, « Vers une balance du watt française », Congrès International de Métrologie, Saint-Louis, France, octobre 2001.
- [2] B.P. Kibble, I.A. Robinson et J.H. Bellis, « A realization of the SI Watt by the NPL Moving-coil balance », Metrologia, Vol. 27, pp. 173-192, 1990.
- [3] I.A. Robinson et B.P. Kibble, « The NPL moving-coil apparatus for measuring Planck's constant and monitoring the kilogram », IEEE Trans. Instrum. Meas., Vol. 46(2), pp. 596-600, Avril 1997.
- [4] P.T. Olsen, W.L. Tew, E.R. Williams, R.E. Elmquist et H. Sasaki, « Monitoring the mass standard via the comparison of mechanical to electrical power », IEEE Trans. Instrum. Meas., Vol. 40(2), pp. 115-120, Avril 1991.
- [5] D. Newell, J. Schwarz et E. Williams, « Reference standards, uncertainties, and the future of the NIST electronic kilogram », NCSL Workshop, 1999
- [6] W. Beer, B. Jeanneret, B. Jeckelmann, P. Richard, A. Courteville, Y. Salvadé et R. Dändliker, « A proposal for a new moving-coil experiment », IEEE Trans. Instrum. Meas., Vol. 48(2), pp. 192-195, Avril 1999.
- [7] W. Beer, A. L. Eichenberger, B. Jeanneret, B. Jeckelmann, P. Richard, H. Schneider, A. R. Pourzand, A. Courteville et Dändliker, « The OFMET Watt balance: Progress report », IEEE Trans. Instrum. Meas., Vol. 50(2), pp. 583-586, 2001.
- [8] B.P. Kibble, « A measurement of the gyromagnetic ratio of the proton by the strong field method », Atomic masses and fundamental constants, Vol. 5, Edité par Plenum, New York, pp. 545-551, 1976
- [9] Metals Handbook, Properties and selection : Non ferrous alloys and special-purpose materials, Vol. 2, Editeur : ASM International 10th, Ed.1990.
- [10] R. Steiner, NCSL Workshop, 1999.
- [11] W. Beer, W. Fasel, E. Moll, P. Richard U. Schneider, R. Thalmann et J. Egger, « The METAS 1 kg vacuum mass comparator – adsorption layer measurements on gold-coated copper buoyancy artefact », Metrologia, Vol. 39, pp. 263-268, 2002.
- [12] R.S. Davis, « New method to measure magnetic susceptibility », Meas. Sci. Technol., Vol. 4, pp. 141-147, Février 1993.
- [13] R.S. Davis, « Determining the magnetic properties of 1 kg mass standards », J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol., Vol. 100, pp. 209-225, 1995.
- [14] Z. Silvestri, R. S. Davis, G. Genevès, A. Gosset, T. Madec, P. Pinot et P. Richard, « Volume magnetic susceptibility of gold-platinum alloys: possible materials for make mass standards for the watt balance experiment », Metrologia, A paraître : juin 2003.