

Utilisation d'un nouvel étalon pour les étalonnages en pression absolue et relative dans le domaine de 1 à 15 000 Pa

Pierre Otal, Jean-Claude Legras
LNE
1, rue Gaston Boissier 75015 Paris

Résumé

Afin de mieux caractériser nos manomètres numériques dans le domaine de 1 à 15 000 Pa relatif et absolu, le LNE a acquis auprès de la société DH Instruments un nouvel étalon -un manomètre numérique à piston non rotatif- appelé FPG. La caractérisation métrologique de cet étalon est présentée : détermination en pression relative de la section effective de l'ensemble piston-cylindre par comparaison avec une balance de pression, comparaison en mode absolu, détermination des coefficients de correction utilisés pour tenir compte des variations des conditions initiales, estimation de la répétabilité et de la linéarité à basse pression.

Le bilan d'incertitude de cet étalon est présenté ainsi que des résultats d'étalonnage de manomètre capacitifs.

Abstract

In order to improve the characterisation of our digital manometer in the range 1 to 15000 Pa in absolute and gauge mode, LNE has purchased a new pressure standard called FPG, developed by DH Instruments and based on a non-rotating piston gauge. The metrological characterisation of this standard is described: determination in gauge mode of the effective area by direct comparison with a piston gauge, equivalence in absolute mode, determination of the correction coefficients used to take into account the initial condition changes, estimation of repeatability and linearity at low pressure.

The pressure measurement uncertainty budget of this standard is presented and capacitance diaphragm gauges calibration results as well.

Introduction

L'offre concernant la mesure de pressions absolues et relatives inférieures à quelques kilopascals s'est considérablement développée ces dernières années, afin de répondre notamment à la demande du marché des semi-conducteurs, de l'aérospatiale, de l'industrie pharmaceutique... Cette demande s'est également portée sur les manomètres possédant les meilleures exactitudes dans cette gamme de pression, tels que les manomètres capacitifs à membrane et les manomètres à quartz. L'étalonnage de ces manomètres se heurte à diverses difficultés, dont la première étant le choix de l'étalon. Cette difficulté à choisir un étalon -éprouvée par de nombreux laboratoires d'étalonnage y compris le LNE- est due à un manque d'étalons à la fois performants en termes métrologiques et adaptés à l'étalonnage de ce type de manomètre.

Afin de se conforter dans la caractérisation de nos propres manomètres numériques dans cette gamme de pression, le LNE a acquis auprès de la société DH Instruments un nouvel étalon (FPG) fonctionnant en mode absolu et relatif dans le domaine de 1 à 15 000 Pa avec une résolution de 1 mPa. Cet étalon est associé à un générateur automatique, nous permettant dès lors de simplifier les étalonnages et de réduire les incertitudes aléatoires en effectuant les étalonnages sans intervention d'un opérateur, souvent la nuit, dans un environnement moins perturbé du point de vue de la pression atmosphérique et de la température.

Principe du FPG

Le système de mesure est dérivé du principe de l'ensemble piston-cylindre. La pression à mesurer vient s'appliquer sur la section effective de l'ensemble, dont la force résultante est mesurée par la cellule d'une balance de pesée (figure 1). Cet ensemble en carbure de tungstène possède un coefficient normal de conversion de 10kPa/kg (33 mm de diamètre). Il est placé entre deux chambres. La chambre supérieure est soumise à la pression à mesurer et la chambre inférieure à la pression de référence. Cette dernière peut être la pression atmosphérique pour des mesures en mode relatif ou de l'ordre de quelques centièmes ou dixièmes de Pascals lors de mesures en mode absolu ou absolu différentiel. On distingue le mode absolu différentiel du mode absolu par la connexion des pressions de référence de l'étalon et de l'instrument à étalonner.

Le FPG nous permet actuellement de mesurer des pressions relatives ou absolues différentielles entre 0 et 15000 Pa et des pressions absolues entre 2 Pa et 15000 Pa. Il comprend un système de mesure couplé à un contrôleur de pression. Le tout est interfacé avec un ordinateur.

Afin de s'affranchir de l'instabilité créée par un système à piston tournant, celui-ci est centré par un débit de gaz circulant entre le piston et le cylindre de forme conique. Ce débit est généré par une pression de lubrification de 40kPa qui est régulée en humidité afin d'optimiser les performances de la cellule. Le jeu entre le piston et le cylindre est de l'ordre de 6 µm au centre et inférieur à 1µm aux extrémités. Le piston est couplé à un système mécanique qui transmet la force à la cellule dynamométrique possédant une résolution de 0,1 mg [1], [2]

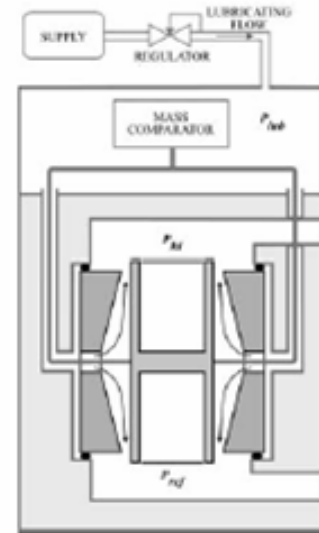


Figure 1. Ensemble piston-cylindre du FPG (Doc DH Instruments)

Mesure de la pression

La pression différentielle est calculée à partir de l'expression :

$$\Delta p = \frac{K_{cal} \cdot N}{S_0 \cdot [1 + (\alpha_p + \alpha_c) \cdot (t - 20)]} \quad \{1\}$$

où

S_0 est la section à 20°C et à pression nulle de l'ensemble piston-cylindre,

α_p et α_c sont les coefficients de dilatation du piston et du cylindre ($\alpha_p + \alpha_c = 9 \cdot 10^{-6}/^\circ\text{C}$),

t est la température de l'ensemble piston-cylindre,

K_{cal} est le coefficient de calibration de la cellule de pesée,

N est le nombre de points délivré par la cellule de pesée.

Corrections

La formule {1} ne tient pas compte des variations des conditions initiales du gaz environnant la cellule et le piston depuis le tarage du système. Afin de compenser les forces engendrées par ces variations, 3 corrections sont faites. (figure.2).

δn_1 : due à la variation de la pression de lubrification,

$$\delta n_1 = -k_b \cdot (P_{lub} - P_{lub0}) \quad \{2\}$$

$\delta n2$: due à la variation de l'écart de pression entre la pression de lubrification et la pression de référence,

$$\delta n2 = kd \cdot [(P_{lub} - P_{ref}) - (P_{lub0} - P_{ref0})] \quad \{3\}$$

$\delta n3$: due à la variation de la pression de lubrification,

$$\delta n3 = V_{ext} \times g \times \left[\left(\frac{P_{ref}}{T_{ref}} \right) - \left(\frac{P_{ref0}}{T_{ref0}} \right) \right] \times \frac{M_{gaz}}{K_{cal} \times Z_{ref0} \times R} \quad \{4\}$$

où

V_{ext} est le volume externe total du piston (m^3),

M_{gaz} est la masse molaire du gaz d'étalonnage,

Z_{ref0} est le coefficient de compressibilité du gaz de référence au moment de la tare.

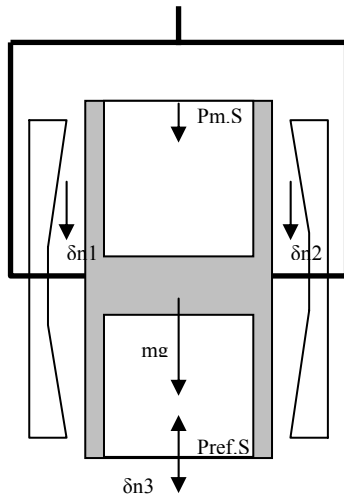


Figure 2. Corrections sur la mesure de la pression

Les coefficients kb et kd ont été déterminés expérimentalement en faisant varier la pression de référence et la pression de lubrification. Dans les conditions de notre laboratoire, les variations des conditions initiales conduisent à des corrections sur la lecture typiquement inférieures à 1 mPa. Une incertitude sur ces coefficients de 20% engendrent à une incertitude sur la pression mesurée insignifiante.

Equation complète

La pression différentielle est finalement calculée à partir de l'expression suivante:

$$\Delta p = \frac{K_{cal} \cdot (N + \delta n1 + \delta n2 + \delta n3)}{S_0 \cdot [1 + (\alpha_p + \alpha_c) \cdot (t - 20)]} \quad \{5\}$$

Détermination de la section effective

La section effective du FPG a été déterminée en pression relative par comparaison directe avec une balance de pression PG7607 munie d'un ensemble piston cylindre de section effective 20 cm^2 . L'incertitude sur la pression mesurée par la balance de pression dans les conditions de la comparaison est de : $(0,053 \text{ Pa} + 9,7 \times 10^{-6} \times p)$.

A partir de l'indication N corrigée de $\delta n1$, $\delta n2$ et $\delta n3$, la section effective S_0 a été calculée en inversant l'équation 5.

La figure 3 ci-après représente la moyenne des sections effectives S_0 en fonction de la pression pour 10 cycles de mesure. Les barres d'erreur du graphique représentent les écarts-types expérimentaux.

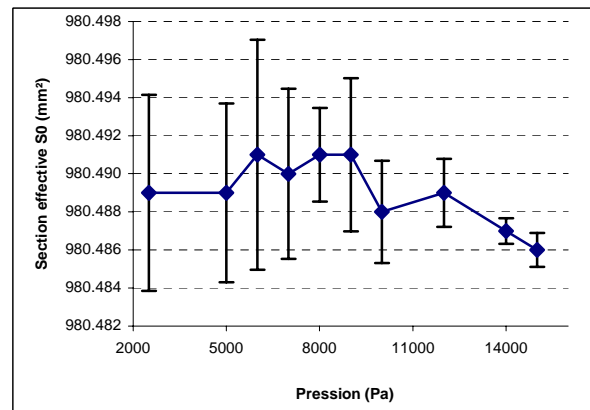


Figure 3. Détermination de la section effective en fonction de la pression/ écart-types expérimentaux

La figure 4 suivante représente en fonction de la pression, les écarts en pression déterminés à l'aide de l'équation 5 en utilisant comme section effective la moyenne des sections effectives. Les barres d'erreur du graphique représentent les écarts-types expérimentaux.

L'écart maximal moyen constaté est de 0,033 Pa et l'écart-type expérimental de 0,030 Pa.

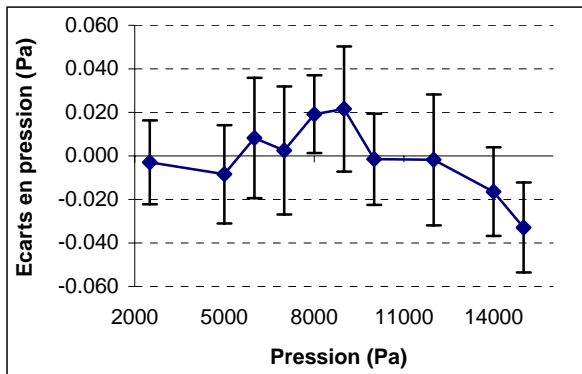


Figure 4. Ecart en pression relative/écart-types expérimentaux

Comparaison en mode absolu

La comparaison a consisté à comparer la pression délivrée par le FPG en pression absolue en utilisant la section effective déterminée en pression relative. La vérification a été effectuée entre 5000 Pa et 15000 Pa par comparaison avec la même balance de pression qu'en pression relative. Un capteur de pression différentielle a été utilisé pour mesurer l'écart de pression entre les deux instruments..

L'incertitude sur la pression mesurée par la balance de pression dans les conditions de la comparaison est alors estimée à :

$$(0,054 \text{ Pa} + 1,2 \times 10^{-5} \times p).$$

La comparaison a été effectuée en 8 cycles de pression. L'écart maximal moyen constaté est de 0,034 Pa et l'écart-type expérimental de 0,074 Pa (figure 5.). Les barres d'erreur du graphique représentent les écarts-types expérimentaux.

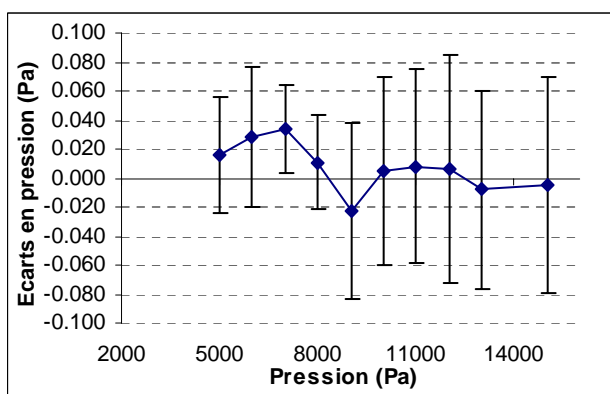


Figure 5. Ecart en pression absolue/écart-types expérimentaux

La figure 6 ci-après représente les sections effectives déterminées en pression absolue et relative. Les barres d'erreur du graphique représentent l'incertitude sur la section effective en mode relatif. Les résultats montrent un

accord relatif entre les deux modes meilleur que 2×10^{-6} .

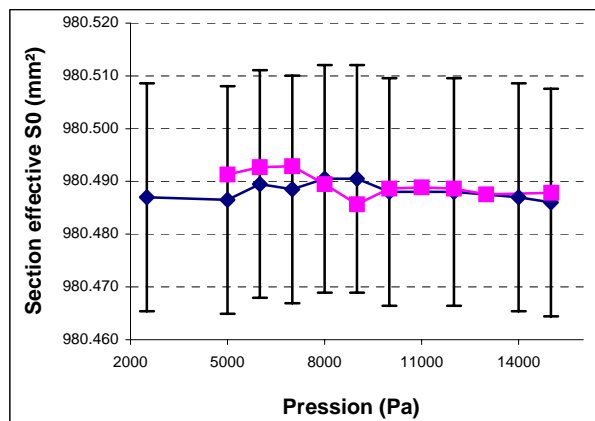


Figure 6. sections effectives à pression nulle en mode absolu et relatif/incertitude sur la section effective

Estimation de la répétabilité

Pour estimer la répétabilité du FPG sur toute son étendue (4 décades), nous avons employé 3 étalons : deux capteurs capacitifs d'étendue 130 Pa et 1300 Pa, et la balance de pression PG7601 utilisée pour la détermination de la section effective.

La figure.6 ci-après donne en fonction de la pression, l'écart-type expérimental constaté (incluant le contrôle de la pression du générateur). Celui-ci est modélisé en fonction de la pression à l'aide de la droite enveloppe :

$$0,004 \text{ Pa} + 4,5 \cdot 10^{-6} \times p$$

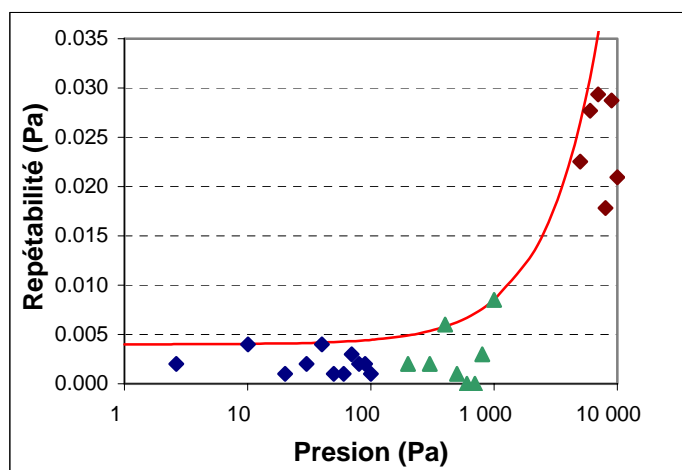


Figure 7. Modélisation de la répétabilité du FPG

Incertitude sur la pression délivrée

L'incertitude sur la pression délivrée par l'étalon est estimée à partir du budget d'incertitude suivant (Tableau. 1).

Paramètre	Incertitude-type mPa	Incertitude-type x p
Méthode type A		
Répétabilité	4	$4,5 \times 10^{-6}$
Méthode type B		
Résolution	0,29	
Section effective		$1,0 \times 10^{-5}$
Masse de tarage		$1,210^{-6}$
Masse volumique de la masse de tarage		$2,3 \times 10^{-6}$
Linéarité de la cellule		$1,7 \times 10^{-6}$
Température de l'EPC		$1,0 \times 10^{-6}$
Colonne de fluide		$1,1 \times 10^{-7}$
Verticalité du piston		$1,9 \times 10^{-7}$
Stabilité du dynamomètre		$1,0 \times 10^{-6}$
Température du dynamomètre		$1,4 \times 10^{-6}$
Accélération de la pesanteur		$1,0 \times 10^{-7}$
Stabilité de la section effective (12 mois)		$1,0 \times 10^{-5}$
En mode absolu		
Mesure de la pression de référence	5	

Tableau 1. Analyse des incertitudes

En pression relative et absolue différentielle l'incertitude est estimée à $8\text{mPa} + 2,4 \times 10^{-5} \times p$. En mode absolu l'incertitude est estimée à $13 \text{ mPa} + 2,3 \times 10^{-5} \times p$ en raison de l'incertitude sur la mesure de la pression de référence.

Étalonnage de capteurs et manomètres numériques.

Outre ses performances métrologiques, cet étalon nous permet de travailler en automatique et donc de réduire les incertitudes aléatoires en effectuant les étalonnages sans intervention d'un opérateur. La figure 8 suivante représente les écarts de modélisation après modélisation du signal par un polynôme de degré 4, et les écarts-types expérimentaux lors de l'étalonnage d'un capteur capacitif 100 Pa en mode absolu.

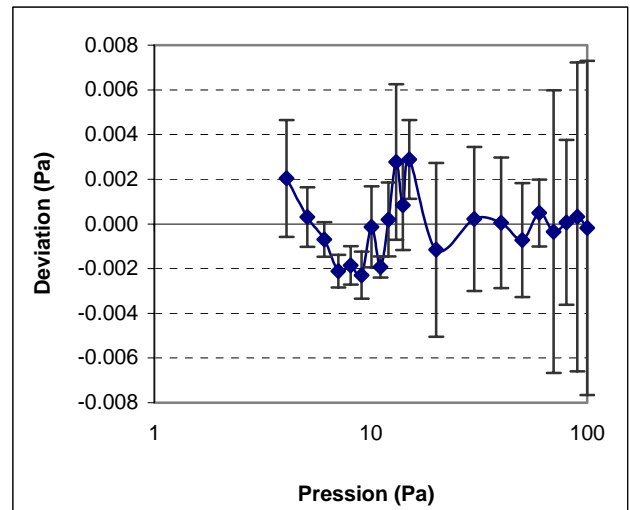


Figure 8. Etalonnage d'un capteur capacitif. Ecarts de modélisation et écart-types expérimentaux.

Cet exemple est représentatif des nouvelles possibilités que nous offre cet étalon. En effet, le domaine d'utilisation des balances manométriques étant limité en basse pression en raison de la masse du piston, ces capteurs capacitifs de référence étaient auparavant étalonnés en pression différentielle à l'aide de deux balances. Cette méthode, bien que primaire, demandait d'une part la formulation d'hypothèses liées à l'effet de la pression de ligne pour une utilisation des capteurs en pression absolue et présentait d'autre part les inconvénients suivants : étalonnages longs et répétabilité supérieure d'un facteur 10 à celle des capteurs capacitifs [3].

Cet étalon nous permet donc de mieux modéliser ce type de capteur avec des écarts de modélisation de quelques mPa. Il nous permet dès lors de mettre en évidence le phénomène de transpiration thermique en pression absolue[4]. Ce phénomène, significatif pour des pressions inférieures à 100 Pa absolu, se produit lorsque deux instruments sont à des températures différentes et se traduit par un écoulement dans le tube qui les relie. Il génère alors une différence de pression entre les deux instruments. Dans le cas des manomètres capacitifs thermostatés à 45°C , l'écart de température engendre des erreurs relatives pouvant aller jusqu'à 4% pour des pressions inférieures à 10 Pa [5].

A titre d'exemple, la figure 9 reprend les données expérimentales de la figure 8 sans application de la correction de transpiration thermique.

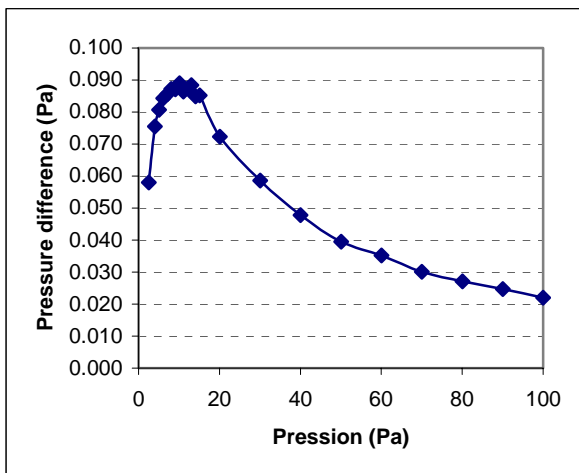


Figure 9. Mise en évidence du phénomène de transpiration thermique

Conclusion

Le LNE a caractérisé un nouvel étalon avec une incertitude estimée à $8 \text{ mPa} + 2,4 \times 10^{-5} \times p$ en pression relative et absolue différentielle et à $13 \text{ mPa} + 2,3 \times 10^{-5} \times p$ en pression absolu.

Dans la continuité des travaux menés depuis plus de dix ans sur les manomètres à membrane capacitive, l'étude de qualification du FPG nous a permis de conforter nos incertitudes dans cette gamme de pression.

Cet étalon, associé aux manomètres à membrane capacitive et aux manomètres à viscosité, complète notre offre de prestations à un nombre important de laboratoires de métrologie et d'industriels. Le LNE est en contact avec plusieurs laboratoires européens pour établir une coopération afin de confirmer par la mise en commun des travaux réalisés, puis par des comparaisons, l'incertitude du nouvel étalon.

Références

[1] P. Delajoud, M. Girard- A Force Balanced Piston Gauge for Very Low Gauge and Absolute Pressure. 2002 NCSL International Workshop and symposium.

[2] R. Haines, M. Bair- Application of a new method for automated calibration of very low gauge and absolute pressures in a commercial calibration laboratory. 2002 Measurement Science Conference, Anaheim CA.

[3] J. Le Guinio, J.C Legras and A.El-Tawil - New BNM-LNE standard for absolute pressure measurements up to 1 MPa. Metrologia, 1999, 36, 535-539.

[4] J-C Legras, P. Otal, F. Boineau Stability and thermal transpiration effect: performances of the capacitance diaphragm gauges as transfer standards. 4th CCM Conference, London April 2005.

[5] T. Takasaki and Y. Sensui – Trans. Faraday Soc., 59, 2503 (1963).