

BUREAU INTERNATIONAL DES POIDS ET MESURES

Rapport BIPM/85-8

RAPPORT SUR LA
COMPARAISON D'ETALONS DE MASSE DE 1 kg
EN PLATINE IRIDIE ET EN ACIER INOXYDABLE

entre le

National Bureau of Standards
(Etats-Unis d'Amérique)

et le

Bureau International des Poids et Mesures

par Richard S. DAVIS*
et Georges GIRARD**

1985

Pavillon de Breteuil, F-92310 SEVRES

RAPPORT SUR LA
COMPARAISON D'ÉTALONS DE MASSE DE 1 kg
EN PLATINE IRIDIÉ ET EN ACIER INOXYDABLE

entre le

National Bureau of Standards
(Etats-Unis d'Amérique)

et le

Bureau International des Poids et Mesures

par Richard S. DAVIS*
et Georges GIRARD**

Une comparaison d'étalons de masse de 1 kg s'est déroulée en 1984 entre le National Bureau of Standards (NBS) et le Bureau International des Poids et Mesures (BIPM), dans le but d'obtenir des informations sur l'exactitude avec laquelle les déterminations de masse volumique de l'air sont effectuées dans ces deux laboratoires. Cette comparaison a mis en jeu deux étalons en platine iridié N° 4 et N° 20 et deux étalons en acier inoxydable CHYO-1 et D2 appartenant au NBS. Ils furent comparés au BIPM aux deux prototypes d'usage courant N° 9 et N° 31.

Le transport, à l'aller comme au retour, s'est effectué par les soins du Dr. Davis.

*National Bureau of Standards.

**Bureau International des Poids et Mesures.

I - MESURES AU BIPM (janvier-mars 1984)

Les étalons en présence dans cette comparaison sont :

N ^{os} 9	} BIPM] platine iridié
31		
4		
20		
	} NBS	
CHYO-1	} NBS	acier inoxydable
D2		

Les comparaisons ont été effectuées à la balance NBS-2 suivant le principe suivant :

La comparaison des six étalons entre eux a été faite au cours de trois pesées doubles comprenant chacune une pesée "directe" associée à une pesée "opposée". Une pesée "directe", de même qu'une pesée "opposée", fait intervenir quatre étalons ; elle comprend six sous-pesées différentes ; au cours de chacune de ces six sous-pesées on détermine la différence des masses de deux étalons.

Pratiquement, les comparaisons ont été exécutées de la manière suivante :

1 ^{ère} pesée double	31	D2	CHYO-1	4			
2 ^{ème} pesée double			CHYO-1	4	20	9	
3 ^{ème} pesée double					20	9	31 D2

Schéma de la 1 ^{ère} pesée "directe"	Schéma de la 1 ^{ère} pesée "opposée"
31 - D2	D2 - 31
D2 - CHYO-1	CHYO-1 - D2
CHYO-1 - 4	4 - CHYO-1
4 - 31	31 - 4
31 - CHYO-1	CHYO-1 - 31
D2 - 4	4 - D2

Les schémas de la deuxième et de la troisième pesée double se déduisent immédiatement du schéma donné ci-dessus pour la première.

La détermination de la différence des masses de deux étalons (par exemple 31 et D2), au cours d'une sous-pesée, se fait comme suit, les étalons se trouvant successivement opposés au contrepoids :

31
D2
D2 + s
31 + s
31,

où s désigne une surcharge "de sensibilité" dont la valeur a été déterminée en septembre-octobre 1983.

Les quatre étalons du NBS ont été comparés aux deux étalons en platine iridié du BIPM, d'abord dans l'état où ils sont arrivés au BIPM, puis après un nettoyage au benzène et à l'alcool ; les prototypes N° 4 et N° 20 en platine iridié ont, de plus, été lavés sous un jet de vapeur d'eau bidistillée.

Ces comparaisons ont eu lieu du 30 janvier au 7 février 1984 (groupe a, avant nettoyage-lavage) et du 23 février au 1^{er} mars 1984 (groupe b, après nettoyage-lavage).

CORRECTION DE POUSSEE DE L'AIR

La masse volumique de l'air, au cours de chaque sous-pesée, a été calculée à l'aide de la "Formule pour la détermination de la masse volumique de l'air humide (1981)".

Les différents paramètres qui caractérisent les conditions ambiantes et les instruments utilisés pour leur détermination au cours des deux groupes de mesures sont les suivants :

Température : sonde à résistance de platine Rosemount et pont de mesure en courant alternatif Automatic System Laboratories F 17A. Les indications de cette sonde ont été vérifiées, avant le début des mesures, par comparaison à un thermomètre à résistance de platine Tinsley étalonné dans l'EIPT-68.

Incertitude \approx 2 mK
Températures moyennes a) 20,27 °C
b) 20,24 °C

Pression : jauge à spirale de quartz Ruska étalonnée par comparaison au manobaromètre interférentiel du BIPM avant et après chaque groupe de pesées.

Incertitude \approx 2 Pa
Pressions moyennes a) 100 922 Pa
b) 101 015 Pa

Humidité relative : sonde à résistance Hygrodynamics étalonnée par rapport à un hygromètre à point de rosée EG&G au moment de la fermeture de la balance.

Incertitude \approx 0,01
Humidités relatives moyennes a) 0,41
b) 0,38

CO₂ : l'air ambiant proche de la balance est envoyé sur un analyseur à infrarouge MSA ; sa fraction molaire en CO₂ est mesurée avant la fermeture de la balance.

Incertitude \approx 0,000 1
Fractions molaires moyennes a) 0,000 41
b) 0,000 62

Les valeurs moyennes de la masse volumique de l'air dans les deux groupes sont donc :

- a) 1,194 40 mg/cm³
- b) 1,195 91 mg/cm³

L'incertitude sur les différents paramètres mentionnés ci-dessus et celle due à la formule elle-même entraînent sur la masse volumique de l'air une incertitude de 12×10^{-5} mg/cm³ (écart-type)

Volume des étalons: Les corrections différentielles de poussée de l'air ont été calculées en utilisant les valeurs suivantes des volumes à 20 °C et des coefficients de dilatation volumique (coefficients moyens entre 0 °C et t °C) :

N ^{os} 9	46,445 8 cm ³] $\alpha = (25,863 + 0,005\ 62\ t)10^{-6}\ K^{-1}$
31	46,431 1	
4	46,443 0	
20	46,427 1	
D2	127,625 0	
CHYO-1	124,968 1	$\underline{\alpha} = 45,0 \times 10^{-6}\ K^{-1}$ $\underline{\alpha} = 45,0 \times 10^{-6}\ K^{-1}$

CORRECTION DUE A "g"

Les centres de gravité des étalons en platine iridié et ceux des étalons en acier inoxydable ne sont pas à la même altitude lorsque ces étalons sont successivement placés sur le plateau de la balance. Par rapport au niveau du plateau, ces centres de gravité sont aux cotes suivantes :

platine iridié	$\underline{h} = + 19,5\ \text{mm}$
D2	$\approx + 29$
CHYO-1	$\approx + 29$

Il s'ensuit qu'il faut apporter à la masse des étalons en acier une correction de 2,5 µg environ.

CORRECTION D'ADSORPTION

Comme on le verra plus loin, l'état hygrométrique au moment des mesures faites au NBS était pratiquement le même que celui qui existait lors des comparaisons au BIPM. En conséquence, aucune correction n'a été appliquée pour les variations d'adsorption d'humidité. (Une formule de calcul de cette correction établie au NRLM (Japon) a été utilisée lors d'une comparaison semblable (voir Rapport BIPM-82/3)).

MESURES COMPLEMENTAIRES

Etalon de masse N° 650

Cet étalon en platine iridié appartenant au BIPM a été prêté au NBS en septembre 1982. Sa masse avait été déterminée, avec celle de trois autres étalons en platine iridié, par rapport à nos deux prototypes d'usage courant N° 9 et N° 31, en août 1982, et trouvée égale à 1 kg - 2,256 mg.

Cet étalon est revenu au BIPM en septembre 1984. Sans être soumis à un nettoyage-lavage, il a été de nouveau comparé, avec trois autres étalons en platine iridié, à nos deux prototypes d'usage courant. Sa masse a été trouvée égale à 1 kg - 2,264 mg.

RESULTATS OBTENUS

Les valeurs des différents étalons sont reportés dans le tableau général à la fin du Rapport.

L'écart-type d'une sous-pesée a été de 2,6 et 2,8 µg respectivement, dans le cas des mesures avant et après nettoyage, ce qui correspond à un écart-type de 1,2 et 1,3 µg sur la valeur des étalons en platine iridié N° 4 et N° 20. Mais, étant donnée l'incertitude sur les déterminations de la masse des étalons N° 9 et N° 31, pris comme étalons de référence, la valeur de la masse des étalons N° 4 et N° 20 est donnée avec un écart-type de 8 µg.

En ce qui concerne les étalons en acier inoxydable CHYO-1 et D2, compte tenu des différentes causes d'erreurs (connaissance de la masse des étalons de référence, poussée de l'air, pollution de la surface), on estime que l'incertitude sur la valeur des étalons CHYO-1 et D2 peut être caractérisée par un écart-type de 15 µg.

II - MESURES AU NBS (juillet-août 1984)

Les étalons en présence dans cette comparaison sont les suivants:

N ^{os}	20	}	NBS]	platine iridié
	4				
	650				
	KA		NBS		mousse de platine
	CHYO-1	}	NBS]	acier inoxydable
	D2				

Les comparaisons ont été effectuées sur la balance Voland selon un principe très semblable à celui employé au BIPM.

Les comparaisons ont été faites de la manière suivante:

1 ^{ère}	pesée double	20	4	KA	650				
2 ^{ème}	pesée double			KA	650	CHYO-1	D2		
3 ^{ème}	pesée double					CHYO-1	D2	20	4

<p>Schéma de la 1^{ère} pesée "directe"</p> <ul style="list-style-type: none"> 20 - 4 20 - KA 20 - 650 4 - KA 4 - 650 KA - 650 	<p>Schéma de la 1^{ère} pesée "opposée"</p> <ul style="list-style-type: none"> 4 - 20 KA - 20 650 - 20 KA - 4 650 - 4 650 - KA
--	--

Lorsqu'entre deux sous-pesées consécutives une rotation du transporteur n'était pas nécessaire, on l'a néanmoins fait tourner d'un huitième de tour dans un sens puis dans l'autre.

La comparaison de deux étalons (par exemple 20 et 4) s'effectue de la manière suivante comme au BIPM, les étalons étant placés successivement sur le plateau de la balance:

20
4
4 + s
20 + s
20,

où s désigne une surcharge "de sensibilité" (masse nominale = 2 mg), dont la valeur a été déterminée en mars 1981 et en août 1984 (la différence entre les deux valeurs obtenues est de 0,6 µg).

Les étalons N° 4, N° 20, CHYO-1 et D2 ont été comparés au N° 650 et à KA avant leur transfert au BIPM. Ces deux derniers, restés au NBS, ont servi de base de comparaison et ont été de nouveau comparés aux autres Kilogrammes à leur retour du BIPM. On a d'abord procédé à une comparaison des étalons N° 650 et KA avec les étalons N° 4 et N° 20 dans l'état où ils se trouvaient à leur retour au NBS, puis, après leur nettoyage au benzène et à l'alcool, suivi d'un lavage à la vapeur d'eau, à une seconde comparaison.

Ensuite, les six étalons ont été comparés ensemble selon le schéma des trois pesées doubles exposées ci-dessus. Après ces mesures, les masses en acier inoxydable ont été nettoyées par dégraissage à la vapeur de 1.1.1. trichloroéthane. Après le nettoyage, on a répété la troisième pesée double seulement. On a pu ainsi comparer ces résultats à ceux obtenus précédemment lors de la troisième pesée double, ceci pour estimer la perte de masse due au nettoyage.

CORRECTION DE POUSSEE DE L'AIR

La masse volumique de l'air ambiant, au cours de chaque sous-pesée, a été calculée au moyen de la "Formule pour la détermination de la masse volumique de l'air humide (1981)".

Les différents paramètres qui caractérisent les conditions ambiantes et les instruments utilisés pour leur détermination sont les suivants:

Température: thermomètre différentiel à quartz Hewlett-Packard 2804A. Une sonde a été placée dans la balance; l'autre a été immergée dans un bain maintenu à environ 3 K au-dessus de la température ambiante mais conservé à une température constante à $\pm 0,5$ mK près. La température du bain a été déterminée à l'aide d'un thermomètre à résistance de platine de type Meyers et d'un pont Leeds et Northrup G-2. Le thermomètre a été étalonné dans l'EIPT-68.

Incertitude ≈ 5 mK

Températures moyennes comprises entre: 22,25 °C et 22,42 °C

Pression: jauge de pression Ruska DDR-6000. L'étalonnage de cette jauge a été effectué par comparaison à une balance à piston tournant du NBS.

Incertitude ≈ 5 Pa

Pressions moyennes comprises entre 990 585 et 100 626 Pa

Humidité relative: moyenne de deux sondes à résistance Hygrodynamic, chacune ayant fait l'objet d'un étalonnage en 7 points dans le domaine compris entre 0,35 et 0,75. Les étalonnages ont été réalisés par le service d'étalonnage du NBS.

Incertitude $\approx 0,01$

Humidités relatives moyennes comprises entre: 0,401 et 0,419

CO₂: analyseur à infrarouge Foxboro. Après l'achèvement des pesées, on a prélevé l'air ambiant de l'intérieur de la balance. L'analyseur a pu être vérifié à l'aide de deux échantillons d'air étalonnés ayant des fractions molaires de 400×10^{-6} et 490×10^{-6} .

Incertitude $\approx 50 \times 10^{-6}$

Fractions molaires moyennes comprises entre 400×10^{-6} et 440×10^{-6}

Les valeurs de la masse volumique de l'air ont été comprises dans l'intervalle:

1,173 57 mg/cm³ et 1,183 32 mg/cm³.

Les intervalles ci-dessus sont donnés pour les mesures comprenant des étalons en platine iridié et en acier inoxydable, mesures qui dépendent davantage des conditions ambiantes.

On estime que les incertitudes sur les différents paramètres donnés ci-dessus, ainsi que celle de l'équation elle-même, entraînent sur la masse volumique de l'air une incertitude composée de 15×10^{-5} mg/cm³ (écart-type).

Volume des étalons: les volumes admis à 20 °C et les coefficients de dilatation volumique des étalons N° 4, N° 20, D2 et CHYO-1 ont été donnés en première partie. Les valeurs concernant les deux autres étalons sont les suivantes:

N° 650	46,459 3 cm ³	$\alpha = (25,863 + 0,005 62 \underline{t}) 10^{-6} \text{ K}^{-1}$
KA	47,878 0 cm ³	$\alpha = 27 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$

CORRECTION DUE A "g"

Comme cela a été expliqué dans la première partie, on doit effectuer une correction pour la différence d'altitude entre les centres de gravité des étalons en platine iridié et de ceux en acier inoxydable. On considère que le gradient de la pesanteur est le même au NBS et au BIPM. Cette correction est comprise dans les valeurs données dans le tableau général à la fin du Rapport.

CORRECTION D'ADSORPTION

Les résultats obtenus au NBS n'ont pas fait l'objet de corrections

pour les ramener à une humidité relative définie, car l'état hygrométrique au moment des mesures était pratiquement le même que celui qui existait durant les mesures effectuées au BIPM.

RESULTATS OBTENUS

Les premières mesures des quatre étalons en platine iridié ont permis de vérifier la perte de masse subie lors du nettoyage-lavage au BIPM par les étalons N° 4 et N° 20. Ceux-ci avaient déjà été nettoyés avant d'être envoyés au BIPM. Il est visible que la technique qui a été alors utilisée n'était pas aussi efficace que celle employée au BIPM. La différence est la suivante: au NBS les étalons en platine iridié ont été d'abord rincés dans des bains de benzène et d'alcool; au BIPM, les étalons en platine iridié ont été d'abord frottés à la peau de chamois trempée dans le benzène ou l'alcool. Les résultats sont reportés au tableau suivant où :

- a) se réfère aux mesures faites au NBS en novembre 1982, après nettoyage ;
- b) se réfère aux mesures faites au NBS en juillet 1984, avant nettoyage ;
- c) se réfère aux mesures faites au NBS en juillet 1984, après nettoyage.

	a)	b)	c)
N° 650		référence: -2,269 mg	
KA		référence: -4,867 mg	
N° 4	-0,072 mg	-0,092 mg	-0,108 mg
N° 20	-0,002 mg	-0,019 mg	-0,022 mg

Les valeurs de référence utilisées anticipent les résultats donnés dans le tableau général. Pour ces mesures, le schéma de pesée "opposée" décrit ci-dessus n'a pas été employé: des erreurs systématiques apparaissent donc. Elles ont été corrigées en comparant les données brutes obtenues en c) aux données obtenues à partir d'un schéma de pesée "opposée". Les différences observées, de l'ordre de 4 microgrammes, ont été alors utilisées pour la correction. Cette même correction a été appliquée en a), b) et c). Du fait que la correction appliquée est une constante, les différences entre les valeurs des étalons N° 4 et N° 20 dans a), b) et c) sont les mêmes que pour les valeurs non corrigées. En raison du nombre limité de mesures et de la nécessité d'appliquer une correction, nous estimons que les valeurs de ces masses ont une incertitude d'environ 5 µg (écart-type).

Les résultats obtenus au NBS, fondés sur l'étalonnage du N° 20 effectué par le BIPM, sont donnés dans le tableau général.

III - CONCLUSIONS

Les principaux résultats de cette étude sont les suivants:

A. La masse du Kilogramme N° 20 est pratiquement identique à ce qu'elle était en 1948. Pour obtenir ce résultat, il a été toutefois nécessaire de nettoyer la masse en la frottant avec une peau de chamois imprégnée de solvant, car un simple rinçage dans un solvant n'était pas

suffisant. Le nettoyage plus énergique pratiqué au BIPM a enlevé pratiquement 20 microgrammes de plus que la méthode plus douce pratiquée au NBS en 1983. Cette perte additionnelle a été vérifiée au NBS par des comparaisons avec les étalons N° 650 et KA avant l'envoi du N° 20 au BIPM et après son retour.

B. La masse du Kilogramme N° 4 est maintenant inférieure d'environ 0,03 mg à ce qu'elle était lors de son dernier étalonnage en 1889. Ceci n'est pas surprenant puisqu'on avait noté que cet étalon avait subi un dommage à deux occasions, en 1947 et en 1971. Il semblerait que ce soit une pure coïncidence qui ait fait concorder de façon presque parfaite la valeur du N° 4 mesurée au BIPM, avant le nettoyage de 1984, avec celle de 1889. Comme pour le N° 20, la méthode de nettoyage énergique pratiquée au BIPM s'est montrée plus efficace que celle pratiquée au NBS.

C. L'accord entre les valeurs des deux masses en acier inoxydable au NBS et au BIPM est de l'ordre de 25 microgrammes. La différence est plus grande que celle que l'on aurait désirée, mais elle n'est pas incompatible avec les incertitudes combinées des corrections de poussée de l'air dans les deux laboratoires. On pourrait s'interroger sur d'autres influences, telles que les différences entre les méthodes de nettoyage utilisées dans les deux laboratoires, mais les données sont trop limitées pour qu'on puisse en tirer des conclusions définitives.

Les mesures faites au NBS sur les étalons CHYO-1 et D2 avant leur transfert au BIPM ne sont pas en bon accord avec ces résultats. Ces premières mesures souffrent d'une incertitude supplémentaire due à: 1) un hygromètre mal étalonné, 2) une humidité relative inférieure d'environ 0,15 à celle des dernières mesures, 3) une valeur estimée pour le CO₂. Nous n'avons donc pas reporté ces mesures ici. Un compte rendu détaillé de toutes les mesures faites au NBS, mentionnées dans ce rapport, est présenté dans NBS Journal of Research, 90, n° 4, pp. 263-283, 1985.

D. Les deux laboratoires sont en bon accord en ce qui concerne la masse du N° 650. La petite perte de masse depuis 1982 est peut-être due à une rayure que l'on a remarquée au NBS avant la première série de mesures en 1982.

avril 1985
révisé en juin 1985

Résultats obtenus dans les deux laboratoires
(excès sur la valeur nominale)

	BIPM			NBS		BIPM
	août 1982 (a)	avant nettoyage-lavage février 1984 (b)	après mars 1984 (c)	après nettoyage de juillet 1984 (d)	après nettoyage de 4 et 20 avant nettoyage de CHYO-1 et D2 août 1984 (e)	au retour février 1985 (f)
9		référence : + 0,305 mg				référence
31		référence : + 0,128 mg				référence
4		- 0,075 mg	- 0,106 mg	- 0,103 mg		
20		- 0,001 mg	- 0,022 mg	référence : - 0,022 mg		
650 KA	- 2,256 mg			- 2,269 mg		- 2,264 mg
				- 4,867 mg		
CHYO-1		- 0,377 mg	- 0,384 mg	- 0,372 mg	- 0,389 mg	
D2		+ 13,453 mg	+ 13,447 mg	+ 13,471 mg	+ 13,452 mg	
s*	0,6 µg	1,2 µg	1,3 µg	2,1 µg	4,8 µg	0,7 µg

*écart-type provenant des pesées seules.