



HAL
open science

Détermination de la constante de Boltzmann au plus haut niveau d'exactitude par spectroscopie acoustique dans un résonateur quasi sphérique: Vers une nouvelle définition de l'unité internationale de température.

Arnaud Guillou

► To cite this version:

Arnaud Guillou. Détermination de la constante de Boltzmann au plus haut niveau d'exactitude par spectroscopie acoustique dans un résonateur quasi sphérique: Vers une nouvelle définition de l'unité internationale de température.. Autre. Conservatoire national des arts et metiers - CNAM, 2012. Français. NNT: 2012CNAM0843 . tel-00795225

HAL Id: tel-00795225

<https://theses.hal.science/tel-00795225>

Submitted on 27 Feb 2013

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.

École Doctorale du Conservatoire National des Arts et Métiers

Laboratoire Commun de Métrologie (LCM/LNE-CNAM)

THÈSE DE DOCTORAT

présentée par : **Arnaud GUILLOU**

soutenue le : **15 octobre 2012**

pour obtenir le grade de : **Docteur du Conservatoire National des Arts et Métiers**

Discipline / Spécialité : **Laser, Métrologie et Communication**

Détermination de la constante de Boltzmann au plus haut niveau d'exactitude par spectroscopie acoustique dans un résonateur quasi sphérique.

Vers une nouvelle définition de l'unité internationale de température.

THÈSE DIRIGÉE PAR

M. HIMBERT Marc

Professeur du CNAM, LCM/LNE-CNAM, La Plaine Saint-Denis

RAPPORTEURS

M. BRUNEAU Michel

Professeur émérite, Université du Maine, LAUM, Le Mans

Mme JULIEN Lucile

Professeure des Universités, Université Pierre et Marie Curie, LKB, Paris

EXAMINATEURS

M. GARCIA Alexandre

Professeur des Universités, Cnam, LMSSC, Paris

M. DE PODESTA Michael

Principal research scientist, NPL, Teddington (Royaume-Uni)

M. PITRE Laurent

Chargé de recherche LNE et directeur des travaux de thèse, LCM/LNE-CNAM, La Plaine Saint-Denis

Failure is not an option.

Citation du personnage interprétant Eugene Francis "Gene" Kranz, directeur de vol de la mission d'exploration lunaire Apollo 13 (11 au 17 avril 1970), dans le film qui retrace les évènements survenus lors de cette mission (*Apollo 13*, Ron Howard, 1995).

Remerciements

En premier lieu, je remercie vivement mon directeur de thèse, Marc Himbert, ainsi que mon directeur des travaux, Laurent Pitre, de leur encadrement durant ces cinq années. La confiance qu'ils m'ont accordée lors de ces cinq années m'a permis de mener à bien ces études doctorales. Je les remercie également pour leurs encouragements et leurs soutiens lorsque nous avons décidé de prolonger la thèse au-delà des trois années " conventionnelles ". Je souhaite également exprimer ma gratitude à Laurent pour son encadrement au quotidien qui a été extrêmement enrichissant et qui m'a permis de découvrir de nouvelles thématiques. Grâce à lui, j'ai pu approfondir des notions théoriques en acoustique et travailler sur une expérience de haut niveau scientifique, expérience dont je me souviendrai tout au long de ma vie.

Je remercie grandement Michel Bruneau et Lucile Julien d'avoir accepté d'être rapporteur. J'ai énormément apprécié leurs regards et commentaires constructifs sur le mémoire et les discussions que nous avons eues lors de nos rencontres. Ce fût également un réel plaisir ainsi qu'un honneur d'avoir parmi les membres du jury Alexandre Garcia ainsi que Michael de Podesta, merci à eux.

J'ai eu la chance d'effectuer ces travaux de thèse dans une équipe chaleureuse : celle des Basses Températures (le jeu de mots était facile, n'enlèvement rien à la sincérité du propos), dirigée par Laurent Pitre. Je remercie ici cette équipe qui a fait du quotidien de ma thèse, en plus d'être une expérience scientifique, une belle expérience humaine. Je n'oublierai pas les missions en France ainsi qu'à l'étranger, les dégustations de bières et autres produits culinaires (dont je doute, pour certains, du bien fait sur la santé, mais bon, il faut vivre!). Merci à Daniel Truong pour ces dessins industriels que je n'ai cessé d'admirer comme des tableaux, à Fernando Sparasci pour le temps passé à m'expliquer les bases de la thermométrie et à Lara Risegari pour sa bonne humeur sans faille. Merci à vous trois pour votre soutien et votre aide. Les précieuses relectures de Fernando ainsi que celles de Lara et les dessins de Daniel ont été très utiles à ce mémoire. Merci également à Cécile Guianvarc'h pour ses travaux sur les microphones notamment, ainsi qu'à Anandan Lamartine pour son aide dans la programmation des méthodes d'optimisation et de l'analyse par l'écart-type d'Allan. Enfin, j'ai une pensée pour Catherine, Véronique, Denis, Bruno, Alexandre et Vladimir, que j'ai eu plaisir de côtoyer durant toute cette période. Je vous souhaite à tous une bonne continuation dans vos projets.

Je remercie aussi Yves Hermier, responsable du groupe température, qui a eu à mon égard toujours un regard bienveillant. Mes origines bretonnes et les siennes normandes ainsi que notre profond désaccord sur l'appartenance du mont Saint-Michel n'ont en rien altéré nos échanges, au contraire!

REMERCIEMENTS

J'adresse également mes remerciements à l'ensemble du personnel et aux équipes de recherche de l'Institut National de Métrologie (aujourd'hui Laboratoire Commun de Métrologie LNE-Cnam), que j'ai eu l'occasion de côtoyer autour d'un café et lors des mémorables repas annuels du laboratoire. Ces moments de vie partagés collectivement ont beaucoup compté à mes yeux. J'en profite pour y glisser un clin d'œil à Gaël Obein et Jean-Pierre Wallerand avec qui j'ai arpenté entre 10 km/h et 12 km/h, en long, en large ainsi qu'en travers (ou presque) les bords du canal Saint-Denis, le parc régional de la Courneuve, les faces nord et sud de la butte Montmartre. Merci également à Stéphane Aubert pour son génie en informatique et en électronique, ainsi que pour nos échanges de notes musicales pendant les repas du laboratoire.

Il m'est impossible de ne pas évoquer l'activité que j'ai menée en parallèle de mes travaux de recherche : l'enseignement. Tout d'abord parce que l'équipe pédagogique que j'ai intégrée a été tout simplement fantastique : je n'oublierai jamais le permanent esprit convivial (mais aussi studieux) qui régnait dans nos bureaux. Grâce à Alexandre Garcia, Manuel Melon et Eric Bavu, j'ai ainsi pu apprendre ce qu'est d'enseigner. Un grand MERCI à vous trois : cette activité a été riche d'expériences. J'ai donc également une pensée envers les étudiants du CPDA, du Master QUALUB ainsi que pour les auditeurs en formation ingénieur Cnam. Merci aussi aux autres membres du laboratoire d'acoustique du Cnam avec qui j'ai eu plaisir de partager d'agréables moments : Christophe Langrenne, Yacine Braïkia, Isabelle Carel, Stéphanie Lobreau et Gérard Dejardin.

Ces cinq années de thèse ont été l'occasion de collaborer avec de nombreuses personnes. Je remercie tout d'abord profondément les industriels qui ont participé à ce projet un peu fou (SAVIMEX, REATEC 27, SOREMET, POLIGRAT, COURT, BERTIN-AUBERT). Si à ce jour nous sommes arrivés au plus haut niveau d'exactitude sur k_B , c'est aussi en partie due à la réalisation de notre outil de base, le résonateur quasi sphérique. Un grand merci à Jean-Bernard Meunier, Grégoire Bastin, Jean-Luc Vavrille et Benjamin Daire de la société SAVIMEX (Grasse, 06) pour leur expertise dans l'usinage diamant effectuée pour cette demande qui sortait (à l'époque) de l'ordinaire. J'ai une pensée également pour les artisans de chez TECMETO basé à Cossé-le-Vivien (53) pour la réalisation d'autres résonateurs sphériques. Merci aussi à Dominique Longe de chez SOREMET (Margival, 02) pour ces soudures complexes entre alliages. Enfin, je tenais à remercier François Lefort, de chez SGS QUALITEST INDUSTRIE (Orsay, 91), avec qui j'ai travaillé sur les cartographies de la surface interne de nos résonateurs sphériques.

J'ai également eu la chance d'effectuer cette thèse dans un contexte international. Ainsi, la collaboration avec les collègues travaillant dans d'autres laboratoires et instituts a contribué à l'enrichissement scientifique et personnel que m'a apporté cette expérience. Le séjour au National Physical Laboratory en septembre 2008 (Teddington, Royaume-Uni) dans l'équipe de Michael de Podesta a été un moment fort dans ma thèse. Travailler au quotidien avec Michael, mais aussi Gavin Sutton et Robin Underwood, sur l'assemblage et l'instrumentation d'un résonateur fût passionnant. Je n'oublierai pas non plus le *Full Monthly Breakfast* du *Diners Turkish Delight*.

En mai 2012, Michael R. Moldover était invité au LCM/LNE-CNAM. Je me souviendrai de ce mois où j'ai eu la chance de partager mon bureau avec lui, des discussions ainsi que de sa manière d'aborder les problématiques, dont j'ai énormément appris. Nos échanges à propos de l'effet du débit sur les mesures de la vitesse du son dans une cavité ont permis

REMERCIEMENTS

d'ouvrir de nouvelles perspectives pour sa résolution. Je tenais à remercier Michael pour cette collaboration, courte certes, mais fructueuse.

Ce travail effectué sur l'effet du débit a également été l'occasion d'avoir de passionnantes discussions. Merci beaucoup à Patrick Ballereau de ses réponses lorsque je me posais des questions au sujet de la mécanique des fluides. Je remercie également Antoine Legay pour son aide sur les simulations d'un jet débouchant dans une cavité sphérique.

Les années passent, cependant il y en a qui sont toujours là. Un grand MERCI donc à mes compagnons de cordée et de virée qui sont toujours présents : Charles, Sandrine, Cécilia, Romain, Sabrina, Raphaël, Christophe, Ismahane et Kiran. Cet entourage durant toutes ces années, et plus précisément durant celles de cette thèse, a été réconfortant. J'ai également une pensée harmonique et bien rythmée pour les Ryth'son Blooz à qui *I suggest you buy as many blues albums as you can.*

Enfin, je tiens à exprimer mes remerciements à ma famille pour leur soutien et leur amour tout au long de ce chemin. Merci à mes parents, Maryvonne et Jean-Pierre, mon frère Benoît et son épouse Amélie, ainsi que ma sœur Aude qui m'ont apporté et m'apporteront encore et encore tant. As ultimas palavras deste obrigado sao para Minha Linda Amora, Fabíola e sua familia, minha brasileira família do Brasil. Tenho a sorte de te conhecer, sua mamãe Vera e sua irmã Fernanda, a mais maravilhosa sorte da minha vida. Obrigado pela seus encorajamentos, seu amor, sua ajuda quando eu preciso, obrigado pela tudo. Cette thèse est aussi la vôtre/Este tese também é sua.

REMERCIEMENTS

Résumé

Depuis 2005, il existe un intérêt important dans la communauté internationale de métrologie pour de nouvelles déterminations précises de la constante de Boltzmann k_B ; le but étant de redéfinir en 2015 l'unité internationale de température, le kelvin. Actuellement, cinq techniques sont utilisées pour déterminer k_B avec comme objectif d'atteindre une incertitude relative inférieure à 1×10^{-6} . La méthode retenue pour cette thèse est la technique acoustique.

La constante de Boltzmann est liée à la vitesse du son u dans un gaz parfait par l'équation du viriel acoustique. La méthode décrite dans cette thèse consiste à mesurer u en utilisant un résonateur de forme quasi sphérique et de volume intérieur de 0,5 L, rempli d'argon. Ces mesures sont effectuées lors d'un isotherme à la température du point triple de l'eau, $T = 273,16$ K, pour des pressions statiques P allant de 0,05 MPa à 0,7 MPa. La constante de Boltzmann est ensuite déterminée en estimant u à pression nulle par une régression polynomiale.

Dans cette thèse, un modèle de propagation des ondes acoustiques dans un résonateur quasi sphérique est défini. Aussi, les moyens techniques utilisés pour contrôler soigneusement les paramètres de l'expérience qui ont un effet sur les mesures de u (comme la température, la pression statique, la composition du gaz, etc) sont présentés. De nouvelles techniques expérimentales et des nouveaux moyens d'analyse des données sont proposés, comme la mesure du rayon du résonateur par spectroscopie électromagnétique, mais aussi l'utilisation de l'écart-type d'Allan comme un outil efficace pour étudier la présence d'impureté lors d'une expérience de longue durée. Les effets systématiques sont analysés puis corrigés. Pour certains, la correction est estimée grâce à un modèle analytique, comme l'effet lié aux couches limites thermiques. Pour d'autres, des corrections basées sur des fonctions empiriques sont proposées ; c'est le cas pour l'effet du débit de gaz continu sur les mesures de u , effet qui est caractérisé expérimentalement dans cette thèse.

Enfin, l'analyse des données acquises en 2009 au LCM/LNE-CNAM lors de deux isothermes effectuées avec de l'argon est présentée. Celle-ci a permis d'obtenir la valeur $k_B = 1,3806475 (16) \times 10^{-23} \text{ J} \cdot \text{K}^{-1}$, c'est à dire avec une incertitude relative de $1,14 \times 10^{-6}$.

Mots clés : Constante de Boltzmann, kelvin, point triple de l'eau, spectroscopie acoustique, spectroscopie électromagnétique, vitesse du son, argon, résonateur quasi sphérique, effet du débit.

Abstract

Since 2005, there is an important interest in the international metrology community for new accurate determinations of the Boltzmann constant k_B ; the purpose is to redefine in 2015 the unit of thermodynamic temperature, the kelvin. Currently, five techniques are implemented for determining k_B with the objective to achieve a relative uncertainty below 1×10^{-6} . The method used in the present work is based on acoustic measurements.

The Boltzmann constant is linked to the speed of sound u in a noble gas by the virial acoustical equation. The method described here consists in measuring u inside a quasi-spherical acoustic resonator of inner volume of 0.5 L filled with argon. Measurements are performed during an isotherm process at the temperature of the triple point of water, $T = 273.16$ K, at static pressures P from 0.05 MPa to 0.7 MPa. The Boltzmann constant is then determined by estimating u at zero pressure limit with a polynomial regression.

In the present work an acoustic wave propagation model within a quasi-spherical resonator is defined. Also, the technical means used to carefully control the parameters of the experiment with an effect on the measurement of u (like temperature, static pressure, gas composition, etc.) are presented. New experimental methods and data analyses are described, like the measurement of the radius of the resonator by electromagnetic spectroscopy, as well as the use of the Allan deviation as an efficient tool to study the gas impurity presence during a long-term experience. Systematic effects are analyzed and corrected. In some cases the corrections are based on analytical models like the thermal layer boundary effect. In other cases, empirical correction functions are proposed, as for the case of changes in the measurements of u related to the continuous gas flow, which was experimentally characterized in the present work.

Finally, the analysis of the data acquired in 2009 at LCM/LNE-CNAM during two isotherm processes using argon is presented. This leads to the value $k_B = 1.3806475$ (16) $\times 10^{-23}$ J \cdot K $^{-1}$, i.e. with a relative uncertainty of 1.14×10^{-6} .

Keywords : Boltzmann constant, kelvin, triple point of water, acoustic spectroscopy, speed of sound, argon, quasi-spherical resonator, flow effect.

ABSTRACT

Table des matières

Introduction	19
I La propagation d'ondes acoustiques en fluide viscothermique dans une cavité sphérique	37
1 Modèle de propagation en coordonnées sphériques	41
1.1 Introduction	41
1.1.1 Les paramètres, variables et propriétés du fluide	41
1.1.2 Les équations fondamentales	42
1.2 L'équation de propagation des ondes acoustiques en fluide dissipatif	43
1.3 Le champ acoustique dans un résonateur sphérique	45
1.3.1 Condition aux limites parfaite ($\beta_p = 0$)	46
1.3.2 Condition aux limites non-parfaite ($\beta_p \neq 0$)	50
1.4 Conclusion	52
2 Les résonances acoustiques dans une sphère réelle	53
2.1 Introduction	53
2.1.1 Présentation du modèle acoustique	53
2.1.2 Homogénéisation avec les notations de la communauté de la thermométrie acoustique dans les gaz	54
2.2 Les couches limites thermiques	55
2.2.1 Continuité de la température en paroi	55
2.2.2 Discontinuité de la température en paroi	59
2.3 La dissipation due à la propagation dans le volume	62
2.4 Les imperfections de la paroi du résonateur	64
2.4.1 L'influence des transducteurs acoustiques en paroi	64
2.4.2 Effet des tubes, optimisation du dimensionnement	68
2.5 La forme ellipsoïdale du résonateur acoustique	75
2.6 Vibration de la coque du résonateur	77

2.7	Conclusion	79
II Mesure de la célérité des ondes acoustiques en milieu finement contrôlé		83
3	Le résonateur quasi sphérique BCU3.	87
3.1	Introduction	87
3.2	Conception et réalisation du résonateur acoustique.	88
3.3	Assemblage du résonateur.	92
3.3.1	Assemblage à l'aide du plan de travail d'alignement.	92
3.3.2	Assemblage à l'aide de la bague d'alignement	94
3.3.3	Contrôle de l'alignement interne des hémisphères	96
3.4	Mesure du volume du résonateur.	98
3.4.1	Détermination du volume par pycnométrie	98
3.4.2	Détermination du volume par spectroscopie de résonance électromagnétique	100
3.4.3	Détermination du volume par coordonnées tridimensionnelles	102
3.5	Conclusion	105
4	Contrôle des paramètres environnementaux et instrumentation du résonateur	107
4.1	Introduction	107
4.2	Contrôle et mesure de la température du résonateur	111
4.2.1	Le contrôle de la température : présentation du cryostat	111
4.2.2	Les mesures de la température	112
4.3	Contrôle et mesure de la pression à l'intérieur du résonateur	116
4.4	Contrôle de la pureté du gaz par piège à impureté	118
4.4.1	Le cold trap	121
4.4.2	Le getter	124
4.5	Contrôle de la pureté du gaz par débit continu	126
4.5.1	Estimation du débit volumique	126
4.5.2	Caractérisation de l'effet du débit volumique sur les mesures de f_{0n}	128
4.5.3	Extrapolation des données à débit nul	138
4.6	Chaîne d'acquisition acoustique	141
4.6.1	Les transducteurs acoustiques	141
4.6.2	Réponse en fréquence des transducteurs acoustiques	141
4.6.3	Positions des transducteurs acoustiques	142
4.6.4	Chaîne d'acquisition acoustique	143

4.6.5	Méthode de détermination des fréquences de résonance acoustique de la cavité	145
4.7	Chaîne d'acquisition électromagnétique	147
4.8	Conclusion	151
III Analyse des données obtenues à $T = 273,16$ K ; détermination de la constante de Boltzmann		153
5	Application du modèle acoustique et estimation de u_{0n}^2 à pression nulle	157
5.1	Introduction	157
5.2	Estimation des corrections	158
5.2.1	Étape 1 : calcul de Δf_{0n} par les formules analytiques	158
5.2.2	Étape 2 : estimation de la valeur du coefficient d'accommodation thermique et de la correction liée aux vibrations de la coque	159
5.2.3	Étape 3 : bilan des corrections	166
5.3	Comparaison modèle-expérience : analyse des excès de largeur à mi-hauteur	168
5.4	Estimation à pression nulle de $u_{0n}^2(T_{PTE}, P)$	173
5.4.1	Définition des fonctions d'ajustement des données empiriques	173
5.4.2	Extrapolation à pression nulle et détermination de u_{0n}^2	174
5.5	Conclusion	180
6	Détermination de la constante de Boltzmann et du bilan d'incertitude	181
6.1	Introduction	181
6.2	Détermination de la constante de Boltzmann	182
6.3	Bilan d'incertitude	183
6.3.1	Incertitude sur les mesures de la température	183
6.3.2	Incertitude sur la composition isotopique de l'argon et sur la concentration en impureté	184
6.3.3	Incertitude sur la détermination de $u^2(T_{PTE}, 0)$	186
6.4	Conclusion	189
Conclusion		193

TABLE DES MATIÈRES

Introduction

INTRODUCTION

On sera surpris peut être de voir répéter ici des opérations déjà faites, des expériences déjà connues ; mais cette surprise cessera si l'on songe que depuis un petit nombre d'années le perfectionnement des instruments et des méthodes a permis d'aspirer à une précision inconnue jusqu'ici, que l'exactitude des moyens de pratique s'est rapprochée de celle de la théorie.

Condorcet, Discours prononcé devant la Constituante (première assemblée nationale législative française),

Au sujet, notamment, de la nouvelle campagne de mesure de la méridienne en vue de la future définition du mètre,
le 26 mars 1791.

Vers une redéfinition de l'unité internationale de température

L'objet du travail présenté dans cette thèse s'inscrit dans la refonte d'une partie du Système international d'unité (SI). Ce système établi en 1960 lors de la 11^e Conférence Générale des Poids et Mesures (CGPM), a pris la composition actuelle en 1971 [1].

Le projet de refonte a été lancé en 2005 suite à la recommandation 1 du Comité International des Poids et Mesures (CIPM) [2, 3]. Le CIPM proposa alors une réflexion concernant les redéfinitions dans un futur proche :

- de l'unité de la masse m , le kilogramme (kg), réflexion qui avait déjà débuté en 1999 [4] ;
- de l'unité de la température thermodynamique T , le kelvin (K) ;
- de l'unité de l'intensité du courant électrique I , l'ampère (A) ;
- de l'unité de la quantité de matière n , la mole (mol).

Ces unités seront dorénavant définies à partir de constantes fondamentales, comme ce fut le cas en 1983 pour l'unité de longueur, le mètre (m), défini aujourd'hui à partir de la vitesse de la lumière dans le vide [5].

En 2015, les quatre définitions courantes de ces unités vont évoluer ; l'unité du temps, la seconde (s) et l'unité de l'intensité lumineuse, la candela (cd), garderont leur définition actuelle, tout comme le mètre [6].

Les travaux de cette thèse prennent place dans le cadre de la redéfinition du kelvin, unité définie en 1954 [7] puis complétée en 1967 [8] ainsi qu'en 2005 [2].

L'actuelle définition du kelvin est la suivante :

le kelvin est la fraction $1/273,16$ de la température thermodynamique du point triple de l'eau.

À la température thermodynamique du point triple de l'eau, ses états solide, liquide et gazeux coexistent. Ce point est unique et ne peut être observé qu'à une température T et une pression statique P données ; il dépend également de sa composition isotopique.

Ce point est atteint lorsque $P = 611$ Pa et, par définition à $T = T_{PTE} = 273,16$ K. De plus, à ce point, les phases sont en équilibre, la variance de l'eau est alors nulle.

En 2005, la composition isotopique de l'eau a été spécifiée à :

- 0,00015576 mole de ^2H par mole de ^1H ;
- 0,0003799 mole de ^{17}O par mole de ^{16}O ;

– 0,0020052 mole de ^{18}O par mole de ^{16}O .

Cette composition provient du Vienna Standard Mean Ocean Water (VSMOW) [9].

Les thermomètres (basés sur la loi de variation d’une résistance électrique en fonction de la température) sont étalonnés en les positionnant dans des cellules point triple de l’eau. Ces cellules sont fabriquées en verre et sont scellées. Elles contiennent de l’eau pure dont la concentration isotopique a été énumérée en amont. La figure 1 présente un schéma de ce type de cellule.

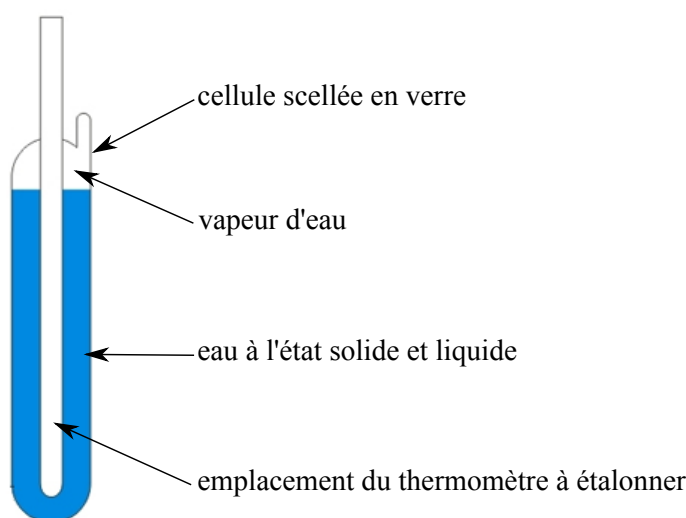


FIG. 1 – Schéma d’une cellule point triple de l’eau utilisée pour l’étalonnage des thermomètres à 273,16 K. La longueur ainsi que le volume de l’emplacement du thermomètre varient entre fabricants

En 2007, le Comité Consultatif de Thermométrie (CCT) présenta les résultats d’une comparaison internationale (K7), effectuée par le Bureau International des Poids et Mesures (BIPM), de cellules point triple de l’eau de laboratoires nationaux. Les noms des participants sont donnés dans le tableau 1.

La figure 2 donne les résultats de cette comparaison internationale. La répartition des températures des cellules autour de celle du BIPM est de l’ordre de $\pm 0,1$ mK. Cela représente une bonne répétabilité de l’artefact que sont les cellules point triple. En effet, cette réalisation de la définition de l’unité de température est sujette à :

- la préparation de la cellule ;
- la pureté de l’eau ;
- la contamination de l’eau par le verre de la cellule ;
- la composition isotopique de l’eau.

L’incertitude relative associée à la réalisation de la définition de l’unité de température dans ces conditions est alors de $0,3 \times 10^{-6}$.

Dans toutes les lois fondamentales, la température thermodynamique apparaît sous la forme $k_B T$, produit nommé “énergie thermique”, où $k_B = R/N_A$ est la constante de Boltz-

TAB. 1 – Liste des participants du CCT-K7

Acronyme	Nom de l'Institut	Pays
BIPM	Bureau International des Poids et Mesures	Communauté Inter- nationale
BNM-INM (LCM/LNE-CNAM depuis 2008)	Bureau National de Metrologie - Institut National de Metrologie	France
CEM	Centro Espanol de Metrologia	Espagne
CENAM	Centro Nacional de Metrologia	Mexique
CSIR-NML	National Metrology Laboratory	Afrique du Sud
CSIRO-NML	National Measurement Laboratory	Australie
IMGC	Instituto di Metrologia G. Colonnetti	Italie
IPQ	Instituto Portugues da Qualidade	Portugal
KRISS	Korea Research Institute of Standards and Science	République de Corée
MSL	Measurement Standards Laboratory of New Zealand	Nouvelle Zélande
NIM	National Institute of Metrology	Chine
NIST	National Institute of Standards and Tech- nology	États-Unis
NMIJ/AIST	National Metrology Institute of Japan, National Institute of Advanced Industrial Science and Technology	Japon
NMi-VSL	Nederlands Meetinstituut - Van Swinden Laboratorium	Pays-Bas
NPL	National Physical Laboratory	Royaume Uni
NRC	National Research Council of Canada	Canada
PTB	Physikalisch-Technische Bundesanstalt	Allemagne
SMU	Slovak Institute of Metrology	Slovaquie
SPRING	National Metrology Centre	Singapour
UME	Ulusal Metroloji Enstitüsü	Turquie
VNIIM	D.I. Mendeleev Institute for Metrology	Russie

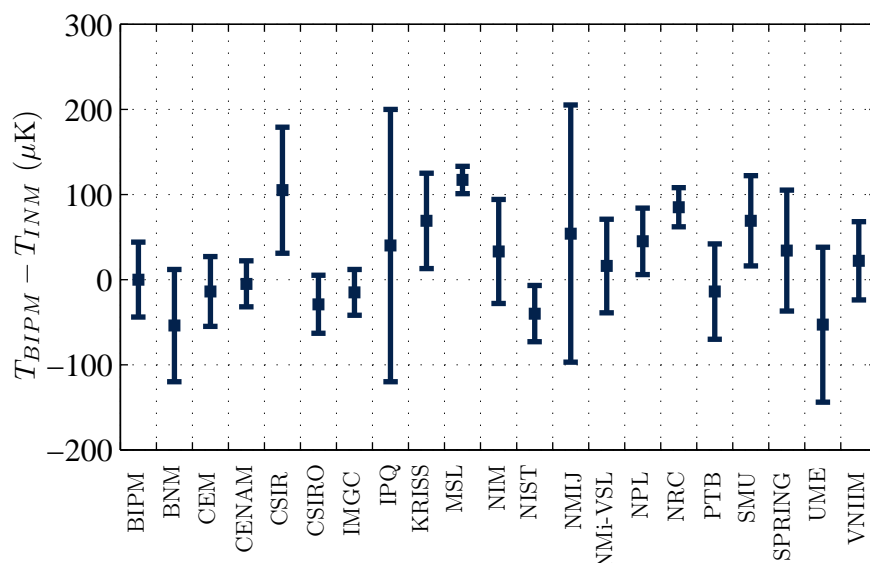


FIG. 2 – Différence en température entre celle des références nationales et celle du BIPM. Les barres d'incertitudes comprennent l'incertitude de comparaison avec le BIPM ainsi que celles provenant de la calibration des références nationales

mann¹. Ainsi, k_B apparaît naturellement comme étant la constante à fixer pour modifier la définition l'unité de température. Au préalable d'une nouvelle définition, il est nécessaire que k_B ait été évaluée avec une incertitude relative de l'ordre de 1×10^{-6} pour que la mise en pratique de la nouvelle définition soit aussi performante que l'actuelle.

¹Cette constante fut introduite en 1877 dans la définition de l'entropie par Ludwig Boltzmann. Cependant, ce serait Max Planck, lors de ses travaux sur le rayonnement du corps noir, qui aurait été le premier à introduire un terme constant dans cette formule de l'entropie [10].

Les différentes méthodes permettant de déterminer la constante de Boltzmann

Cinq méthodes ont été retenues pour déterminer la constante de Boltzmann avec comme objectif l'obtention d'une incertitude relative de l'ordre de 1×10^{-6} . Ces méthodes consistent en la mesure :

- de la permittivité diélectrique de l'hélium ;
- de l'indice de réfraction de l'hélium ;
- du bruit thermique d'un conducteur (nommé aussi le bruit Johnson) ;
- de la largeur d'absorption d'un laser dans un gaz ;
- de la vitesse du son dans un gaz parfait.

La méthode expérimentale retenue pour l'étude décrite ici est celle qui consiste à mesurer la vitesse du son u dans un gaz.

Une description brève des quatre autres méthodes est réalisée dans les sections suivantes.

Mesure de la constante diélectrique de l'hélium

Cette méthode est depuis longtemps utilisée en basse température en dessous de 36 K. Son principe est basé sur la détermination de la permittivité diélectrique d'un gaz à partir de la mesure de la capacité électrique d'un condensateur.

Dans un gaz parfait, la permittivité diélectrique est donnée par

$$\varepsilon_{He} = \varepsilon_0 + \alpha_{He} \times \frac{n N_A}{V} \quad (1)$$

où ε_0 est la permittivité diélectrique dans le vide, α_{He} est la polarisabilité électrique de l'hélium (calculée ab initio) et $n N_A$ est le produit de la quantité de matière n et du nombre d'Avogadro N_A , divisé par le volume V du gaz.

En utilisant l'équation (1) dans l'équation des gaz parfaits définie comme suit

$$P = \frac{n N_A}{V} k_B T, \quad (2)$$

où P est la pression statique du gaz, il vient, en remplaçant le rapport $(n N_A)/V$ par $(\varepsilon_{He} - \varepsilon_0)/\alpha_{He}$,

$$k_B = \frac{P}{T} \frac{\alpha_{He}}{\varepsilon_{He} - \varepsilon_0}. \quad (3)$$

La constante diélectrique ε_{He} est déduite de la manière suivante

$$\varepsilon_{He} = \varepsilon_0 \frac{C(P)}{C(0)}, \quad (4)$$

où $C(P)$ et $C(0)$ sont respectivement les capacités d'un condensateur à la pression P et dans le vide.

Les condensateurs sont construits à partir de deux cylindres imbriqués l'un dans l'autre. L'écart entre leurs parois est de l'ordre de $1 \mu\text{m}$ [11]. Lors de l'expérience, la pression statique varie de 1 MPa à 7 MPa.

Ainsi, la valeur de ε_{He} à la pression P est estimée par comparaison de la capacité d'un condensateur à cette même pression, $C(P)$, avec celle d'un condensateur de référence placé dans le vide, $C(0)$, et qui est mesurée simultanément à la même température. La figure 3 présente le principe de la mesure ainsi que le contrôle du milieu d'étude. La pression dans la capacité est déterminée à partir d'une balance à piston.

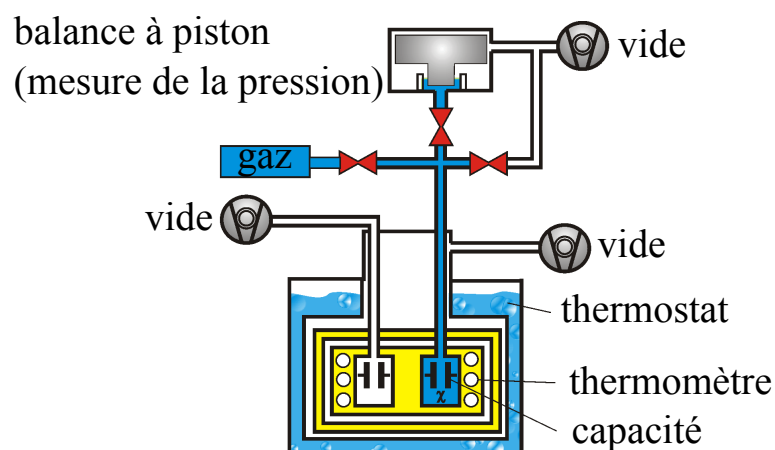


FIG. 3 – Schéma du principe de mesure de la constante diélectrique de l'hélium par comparaison avec celle du vide (tiré de [11])

Une incertitude relative sur k_B de l'ordre de 2×10^{-6} devrait être atteinte d'ici quelques années.

Les défis de l'expérience qui doivent être encore relevés se situent au niveau :

- de la mesure de la pression avec une incertitude relative inférieure à 1×10^{-6} ;
- d'une meilleure connaissance de la déformation des condensateurs lorsque la pression varie ;
- de la réduction des impuretés contenue dans l'hélium.

Seul le laboratoire national de métrologie allemand réalise cette expérience (PTB, Berlin).

Mesure de l'indice de réfractivité de l'hélium

Le principe expérimental est proche de celui qui vient d'être présenté. L'indice de réfractivité de l'hélium n_{He} est donné par

$$n_{He} = \sqrt{\frac{\varepsilon_0}{\varepsilon_{He}}}. \quad (5)$$

À partir de l'équation (3), il vient alors

$$k_B = \frac{P}{T} \frac{\alpha_{He}}{(n_{He}^2 - 1)\varepsilon_0} \quad (6)$$

L'indice n_{He} est alors mesuré par spectroscopie électromagnétique dans un résonateur sphérique de rayon interne $a = 0,05$ m. Les fréquences de résonance f_{ln}^σ étant dépendantes de l'indice du milieu, n_{He} est déterminé comme suit

$$n_{He} = \frac{c_0}{2\pi a} \frac{\xi_{ln}^\sigma}{f_{ln}^\sigma}, \quad (7)$$

où c_0 est la vitesse de la lumière dans le vide, ξ_{ln}^σ est la valeur propre du mode de résonance (l,n), avec l'indice σ renseignant sur le type de mode de résonance (électrique ou magnétique).

La figure 4 présente le principe de la mesure.

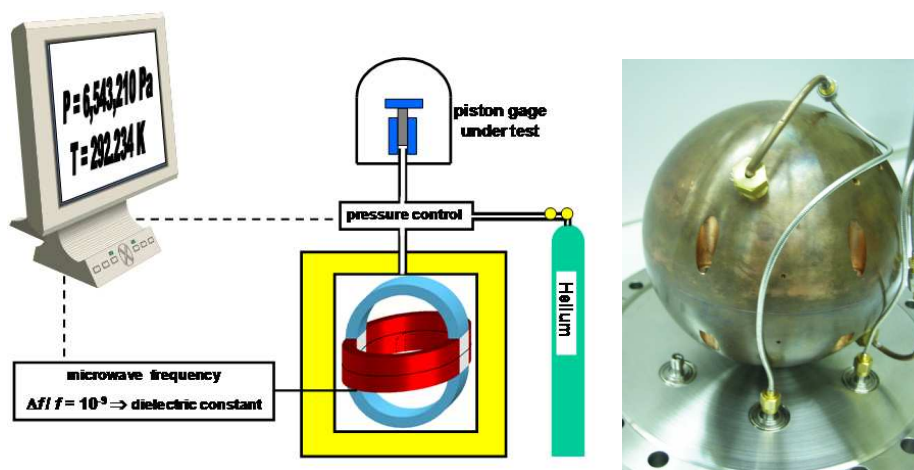


FIG. 4 – (à gauche) Schéma du principe de mesure de l'indice de réfractivité de l'hélium. (à droite) Photographie du résonateur électromagnétique (tiré de [12])

Actuellement, les limites expérimentales sont en partie similaires à celles de la méthode présentée précédemment, à savoir :

- la mesure de la pression avec une incertitude relative inférieure à 1×10^{-6} ;
- la connaissance de la déformation de la structure lorsque la pression varie (compressibilité de la coque du résonateur) ;
- la purification de l'hélium.

Mesure du bruit Johnson d'une résistance électrique

Le bruit Johnson d'une résistance électrique R_e en équilibre thermique, est le bruit généré par l'agitation des électrons présents dans le conducteur à la température T . Il en résulte une tension proportionnelle à la température et de faible amplitude ($U_{Johnson} < 1 \mu\text{V}$). La constante de Boltzmann peut alors être connue grâce à la relation suivante

$$k_B = \frac{U_{Johnson}^2}{4TR_e\delta f} \quad (8)$$

où δf est la gamme fréquentielle d'étude du bruit large bande (de 10 kHz à 650 kHz). La valeur de la résistance reportée dans [13] est $R_e = 100 \Omega$.

Cette expérience nécessite une isolation complète du système par rapport aux rayonnements électromagnétiques ainsi qu'aux perturbations électriques. De plus, aucunes dérives de la température ne pouvant être compensées, celles-ci doivent alors être inférieures à 0,3 mK sur la durée des mesures pour atteindre une incertitude relative sur k_B de l'ordre de 1×10^{-6} .

Pour finir, ces conditions doivent être vérifiées sur une longue période (une semaine minimum), l'expérience nécessitant un temps d'intégration long. Cela représente actuellement la limite expérimentale de cette méthode.

Mesure de la largeur d'absorption d'un laser dans un gaz

Proposée récemment [14], cette méthode est fondée sur la mesure de l'élargissement Doppler de la raie d'absorption linéaire d'un faisceau laser de fréquence centrale f_0 , liée au mouvement Brownien des particules d'un gaz dans une cellule à l'équilibre thermique. La largeur Doppler Δf_D est directement reliée à la température du milieu, T . La constante de Boltzmann est déterminée de la manière suivante

$$k_B = \frac{m}{T 8 \ln(2)} \left(\frac{\Delta f_D}{f_0} c_0 \right)^2, \quad (9)$$

où m est la masse atomique des molécules du gaz sondé et c_0 la vitesse de la lumière dans le vide.

La figure 5 présente un schéma de cette méthode.

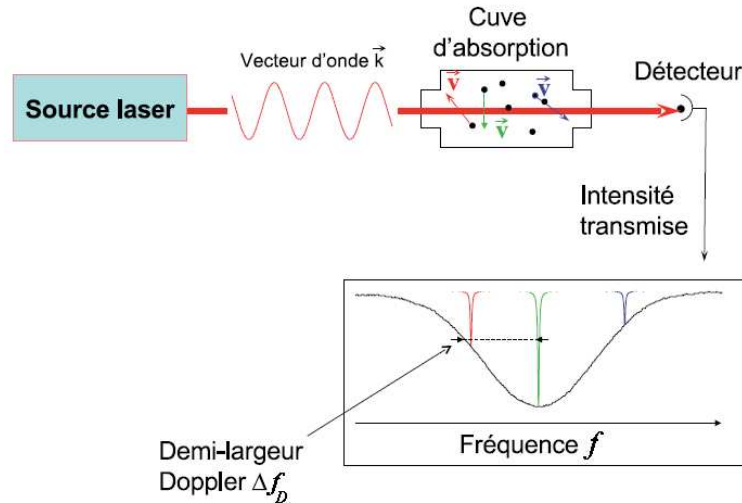


FIG. 5 – Schéma du principe de mesure de la largeur d'absorption constante diélectrique de l'hélium par comparaison avec celle du vide (tiré de [15])

Un des avantages de cette méthode est la sélection d'un unique isotope par étude. Cependant, et c'est probablement sa limite majeure, les multiples interactions entre les particules présentes dans le gaz engendrent un profil de la raie d'absorption qui est complexe. Ainsi, l'incertitude relative sur la constante de Boltzmann par cette méthode ne pourra probablement pas être inférieure à 1×10^{-5} , à l'échéance 2015.

Originellement développée au Laboratoire de Physique des Lasers (LPL, Paris) avec comme gaz d'étude de l'ammoniac (NH_3), cette méthode est aujourd'hui en cours de réalisation avec d'autres molécules, en Italie à la Seconda Università degli Studi de Naples et au Politecnico de Milan (molécule de dioxyde de carbone (CO_2) [16, 17]), mais aussi en Chine (NIM, molécule d'acétylène (C_2H_2) [18]) ou encore en Australie (University of Western Australia, atomes de rubidium (Rb) ou de césium (Cs) [19]).

La mesure de k_B par voie acoustique

La relation de base

Dans un gaz parfait de masse molaire M , la vitesse du son u à la température T et à la pression P peut être estimée grâce à l'équation suivante

$$u^2(T, P) = \frac{5}{3} \frac{k_B N_A T}{M} (1 + \beta_1(T)P + \beta_2(T)P^2 + \dots) \quad (10)$$

où $\gamma_0 = C_p/C_v = 5/3$ est le rapport des capacités calorifiques à pression constante C_p et à volume constant C_v , lorsque $P = 0$; β_1 et β_2 sont respectivement les second et troisième coefficients du viriel acoustique.

La constante de Boltzmann étant égale au rapport de la constante des gaz parfaits R et du nombre d'Avogadro N_A , il vient à pression nulle l'égalité suivante

$$u^2(T, 0) = \frac{5}{3} \frac{k_B N_A T}{M}. \quad (11)$$

La relation (11) permet alors d'exprimer la formule de travail utilisée pour déterminer k_B par voie acoustique. Ainsi, l'objet de cette thèse est d'estimer la vitesse du son, à la limite $P = 0$, pour ensuite déterminer la constante de Boltzmann, de la manière suivante

$$k_B = \frac{3}{5} \frac{M}{N_A T} u^2(T, 0) \quad (12)$$

Le but étant d'avoir une incertitude relative de l'ordre de 1×10^{-6} , il est nécessaire d'avoir une incertitude inférieure à cet objectif pour chaque terme de l'équation (12). Le nombre d'Avogadro est connu avec une incertitude relative $U(N_A) = 4,4 \times 10^{-8}$ [20].

La température pour laquelle l'incertitude de mesure peut être la plus faible est celle du point triple de l'eau ($U(T_{PTE}) < 1 \times 10^{-6}$). L'expérience est alors effectuée à T_{PTE} .

Les incertitudes sur M ainsi que sur l'estimation de $u^2(T, 0)$ font partie des défis de l'expérience décrite dans cette étude.

La mesure de la vitesse du son

Deux méthodes peuvent être utilisées pour déterminer la vitesse du son dans un gaz : par mesure du temps de vol entre deux points de l'espace ainsi que par spectroscopie

acoustique dans un résonateur.

La vitesse du son u par mesure du temps de vol est donnée par le rapport suivant

$$u = \frac{d}{\Delta t} \quad (13)$$

où d est une distance connue entre deux points, et Δt est le temps de propagation de l'onde sonore sur d .

Dans le cadre de la spectroscopie acoustique, u est fonction des dimensions de la cavité et des fréquences de résonance. Ainsi dans le cas de mode de résonance d'indice m ne se propageant que dans une dimension spatiale de la cavité et de longueur caractéristique L (le diamètre d'une sphère, la hauteur d'un cylindre), u est déterminée de la manière suivante

$$u \propto \frac{f_m L}{\nu_m}. \quad (14)$$

où f_m est la fréquence du mode m et ν_m est sa valeur propre associée.

Les milieux de propagation, les gammes de fréquences, de pressions et de températures sont très variés lors des expériences qui ont conduit à ce type de mesure. Ainsi, ces méthodes se retrouvent dans différents domaines où il est nécessaire de connaître la vitesse du son lorsque certains paramètres environnementaux changent. Citons à titre d'exemples :

- la mesure de température [21, 22, 23, 24] ;
- la propagation des ondes acoustiques dans les atmosphères [25, 26, 27] ;
- la spectrométrie de masse [28] ;
- la détermination de constantes fondamentales (qui est l'objet de cette thèse) [29, 30, 31, 32].

La méthode de la mesure du temps de vol a été développée dans les années 1940, avec comme but de mesurer le gradient de température présent dans l'atmosphère, de 0 à 30 km en embarquant un tel système dans un ballon-sonde [21]. L'utilisation d'un système similaire a ensuite été utilisé pour la mesure de température sur une gamme plus large allant de 310 à 1200 K [22]. Par la suite, cette méthode a été appliquée à d'autres domaines, comme la spectrométrie de masse. Lynnworth et Löfqvist présentent leurs techniques ainsi que leurs résultats obtenus pour leur détermination de la vitesse du son dans de l'air humide à une pression statique de 0,1013 MPa et pour des températures allant de 293 K à 319 K. L'incertitude relative sur leurs mesures de la vitesse du son est de l'ordre de 0,2 % [33, 34]. Récemment, cette technique a été appliquée dans un guide d'onde pour mesurer la température dans la gamme allant de 100°C à 500°C [35].

La méthode par spectroscopie est généralement utilisée dans un résonateur de forme cylindrique [29, 36] ou sphérique [30, 31, 32]. Les gammes fréquentielles ainsi que les plages de températures et de pressions sont à nouveau très étendues. Ainsi, en prenant tout d'abord l'exemple des résonateurs cylindriques pour déterminer k_B et R , dans les années 1970, la vitesse du son a été mesurée dans de l'argon à $T = 273,16$ K pour des pressions comprises entre 0,03 MPa et 0,2 MPa [29]. Plus récemment, des travaux ont permis de réaliser ces déterminations en effectuant des mesures de u sur une plus grande gamme de pression allant de 0,1 MPa à 0,55 MPa [36]. Dans le contexte des mesures de certaines propriétés

thermophysiques, citons comme exemple l'utilisation de l'hydrofluorocarbure HFC-227ea. La pression était comprise entre 0,026 MPa et 0,315 MPa, et la température variait de 273,15 K à 333,215 K [37].

Les résonateurs de forme sphérique sont également utilisés dans le but de déterminer les valeurs des constantes fondamentales R et k_B [30] (dans de l'argon de 0,025 MPa à 0,5 MPa, à 273,16 K) ou bien comme thermomètre primaire de 90 K à 300 K et pour $0,01 < P < 0,5$ MPa dans de l'argon [23].

L'expérience présentée ici est basée sur les travaux réalisés au National Institute of Standards and Technology (NIST - États-Unis) dans les années 80 et dirigés par Michael R. Moldover [30]. Ses travaux de recherche dans le domaine de la thermométrie acoustique ont permis d'obtenir les déterminations de R ainsi que de k_B avec les plus faibles incertitudes obtenues jusqu'aux récents travaux effectués au LCM/LNE-CNAM [32]. L'expérience au NIST consistait à mesurer la vitesse du son dans l'argon à l'aide d'une sphère creuse en acier inoxydable d'environ 3 litres. Ce projet a permis de diviser par 5 la précédente incertitude de mesure de R et k_B . La valeur obtenue par le NIST était alors de $k_B^{NIST} = 1,380\,651\,3(25) \cdot 10^{-23} \text{ J} \cdot \text{K}^{-1}$, soit avec une incertitude relative de $1,8 \times 10^{-6}$.

Vingt ans plus tard, cette technique a été retenue par Laurent Pitre au LCM/LNE-CNAM dans le but de déterminer k_B avec comme objectif d'obtenir une incertitude relative inférieure à 1×10^{-6} . Certains éléments et méthodes de l'expérience originale ont été modifiés ; ceci étant lié, entre autres, aux évolutions technologiques de certains procédés ainsi qu'à une meilleure connaissance de la mesure de la vitesse du son en cavité de forme sphérique et à l'analyse de ces données.

Plan

La présentation de cette thèse est divisée en trois parties comprenant chacune deux chapitres.

L'objectif de la première partie est de présenter les équations fondamentales de la propagation des ondes acoustiques en fluide dissipatif et en milieu clos. Il s'agit notamment de définir de manière analytique les phénomènes de dissipation viscothermiques intervenant lors de la propagation des ondes. Ainsi, dans un premier chapitre, un bref descriptif des étapes nécessaires à la résolution du problème acoustique est présenté. Le domaine d'étude se résume à un domaine limité par une paroi rigide sphérique et dont l'admittance est non-nulle.

Le second chapitre traite de l'application, à la mesure de la vitesse du son dans un résonateur quasi sphérique, du modèle théorique développé au chapitre 1. De plus, ce modèle y est complété d'effets propres à l'expérience présentée dans cette étude, qui sont les vibrations de la coque du résonateur liées au couplage fluide-structure, la présence en paroi du résonateur de transducteurs acoustiques et de tubes capillaires, mais aussi de sa forme intérieure considérée comme se rapprochant d'un ellipsoïde triaxial. Ce chapitre présente aussi des voies de minimisation de ces effets sur les mesures, en étudiant notamment l'influence du rayon du résonateur, du type de gaz utilisé, et des dimensions des tubes.

La seconde partie est consacrée à la présentation des moyens techniques mis en œuvre pour mesurer la vitesse du son dans l'argon dans un environnement finement contrôlé en température, en pression ainsi qu'en composition du milieu. Le premier chapitre de cette partie présente le résonateur utilisé dans cette étude, de sa conception à ses caractéristiques, en passant par son assemblage. Les différents capteurs utilisés y sont également présentés.

Un second chapitre traite du contrôle des paramètres expérimentaux influents, qui sont : la pureté du gaz, sa température et sa pression. La section 4.5 de ce chapitre est consacrée à un travail original effectué lors de cette thèse et qui porte sur la caractérisation d'un effet systématique qui a été observé sur les estimations de u . Cette section constitue un des apports de la thèse au projet de détermination de la constante de Boltzmann au plus haut niveau d'exactitude.

Enfin, dans une dernière partie, le traitement ainsi que l'analyse des données obtenues lors de ces travaux de thèse sont présentés dans deux chapitres. Le premier est consacré

à l'application ainsi qu'à l'évaluation qualitative du modèle acoustique développé dans la première partie. L'estimation de la vitesse du son lorsque $P = 0$ est ensuite abordée. Dans le dernier chapitre, la détermination de k_B à partir des résultats présentés dans le chapitre 5 est traitée.

Les conclusions des résultats des travaux menés dans cette étude ainsi que les perspectives clôtureront ce document.

Première partie

La propagation d'ondes acoustiques
en fluide viscothermique dans une
cavité sphérique

Revoyant vos lettres, je trouve avoir oublié de répondre à une objection touchant les sons, qui sont certainement, ainsi que vous dites, un battement qui se fait à plusieurs tours et retours [...] qui ne laisse pas de faire ondoyer l'air qui va frapper l'oreille, de même qu'une pierre entrant tout droit dans l'eau ne laisse pas de faire plusieurs cercles qui se suivent les uns des autres.

René Descartes, Lettres à Marin Mersennes,
Au sujet d'une définition physique du son,
18 décembre 1629.

Chapitre 1

Modèle de propagation en coordonnées sphériques

1.1 Introduction

1.1.1 Les paramètres, variables et propriétés du fluide

La propagation d'ondes acoustiques en fluide dissipatif peut être définie à partir d'un ensemble de paramètres, variables et propriétés du fluide [38]. Les paramètres thermostatiques principaux sont les valeurs moyennes de la pression statique P (Pa), de la température T (K) ainsi que de la masse volumique ρ ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$), autour desquelles vont fluctuer les variables thermodynamiques de pression p , de température τ , de densité ρ' , d'entropie σ ($\text{J} \cdot \text{K}^{-1}$) ainsi que de vitesse particulaire \vec{v} ($\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$).

Pour finir, un ensemble de propriétés du fluide dissipatif interviennent lors des phénomènes de propagation d'ondes acoustiques dont il est utile de définir :

- la célérité adiabatique des ondes acoustiques u ($\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$);
- le coefficient de viscosité de cisaillement μ ($\text{Pa} \cdot \text{s}$);
- le coefficient de viscosité de volume η ($\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-2}$);
- le coefficient de conductivité thermique λ ($\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$);
- la capacité calorifique massique à pression constante C_p ($\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$);
- la capacité calorifique massique à volume constant C_v ($\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$);
- le rapport des capacités calorifiques γ ;
- le coefficient d'augmentation de la pression par unité de température à densité constante $\hat{\beta}$ (K^{-1});
- le coefficient de compressibilité isotherme χ_T (Pa^{-1}).

1.1.2 Les équations fondamentales

Les équations fondamentales permettant de faire état de la propagation des ondes acoustiques en fluide dissipatif proviennent de la théorie de Kirchhoff [39]. Un bref historique des premières études acoustiques au sujet des phénomènes dissipatifs dans les fluides (milieu du 19^{ème} siècle) est rapporté dans [40].

Trois équations linéarisées permettent de lier les propriétés du fluide vues précédemment :

- l'équation de Navier-Stokes ;
- l'équation de conservation de la masse ;
- l'équation de Fourier de la conduction de la chaleur.

Tout d'abord, l'équation de Navier-Stokes, exprimant la loi fondamentale de la dynamique en prenant en compte les effets visqueux présents dans le fluide, conduit à l'équation reliant les quantités acoustiques p et \vec{v} , de la manière suivante

$$\frac{1}{u} \frac{\partial \vec{v}}{\partial t} + \frac{1}{\rho u} \text{grad } p = l_v \text{grad div } \vec{v} - l'_v \text{rot rot } \vec{v}, \quad (1.1)$$

où les longueurs caractéristiques de diffusion visqueuse l_v et l'_v sont définies par

$$l_v = \frac{1}{\rho u} \left(\frac{4}{3} \mu + \eta \right) \quad (1.2)$$

et

$$l'_v = \frac{\mu}{\rho u}. \quad (1.3)$$

Ensuite, l'équation de conservation de la masse conduit à

$$\rho u \text{div } \vec{v} + \frac{\gamma}{u} \frac{\partial}{\partial t} (p - \hat{\beta} \tau) = 0, \quad (1.4)$$

Enfin, les transports de chaleur ainsi que le flux de chaleur présents dans le fluide régis par l'équation de Fourier conduisent à

$$\left(\frac{1}{u} \frac{\partial}{\partial t} - l_h \Delta \right) \tau = \frac{\gamma - 1}{\hat{\beta} \gamma} \frac{1}{u} \frac{\partial p}{\partial t}, \quad (1.5)$$

Δ étant l'opérateur laplacien, et où la longueur caractéristique de la diffusion thermique l_h est donnée par

$$l_h = \frac{\lambda}{\rho u C_p}. \quad (1.6)$$

1.2 L'équation de propagation des ondes acoustiques en fluide dissipatif

La combinaison des équations (1.1), (1.4) et (1.5) permet de définir la variation instantanée de température τ , hors des sources, par

$$l_h \left(1 + \gamma l_v \frac{1}{u} \partial_t \right) \nabla^4 \tau - \left(1 + (l_v + \gamma l_h) \frac{1}{u} \partial_t \right) \frac{1}{u} \partial_t \nabla^2 \tau + \frac{1}{u^3} \partial_t^3 \tau = 0. \quad (1.7)$$

En posant, pour un mouvement harmonique en $e^{i\omega t}$, de pulsation $\omega = 2\pi f$, les expressions des carrés du nombre d'onde acoustique k_a^2 et du nombre de diffusion thermique k_h^2 , de la manière suivante

$$k_a^2 \approx k^2 [1 - ik(l_v + (\gamma - 1)l_h)], \quad (1.8)$$

$$k_h^2 \approx -\frac{ik}{l_h} [1 - ik(\gamma - 1)(l_v - l_h)], \quad (1.9)$$

où $k = \omega/c$ est le nombre d'onde adiabatique, l'équation (1.7) peut alors être écrite sous forme factorisée et devient

$$(\nabla^2 + k_a^2) (\nabla^2 + k_h^2) \tau = 0. \quad (1.10)$$

Cela conduit à exprimer la variation instantanée de température τ comme la somme d'une température acoustique τ_a et d'une température entropique τ_h , solutions des équations

$$(\nabla^2 + k_a^2) \tau_a = 0, \quad (1.11a)$$

$$(\nabla^2 + k_h^2) \tau_h = 0. \quad (1.11b)$$

En utilisant l'équation (1.5), la pression fluctuante p peut être exprimée en fonction de la variable $\tau = \tau_a + \tau_h$,

$$p = \frac{\gamma \hat{\beta}}{\gamma - 1} \left(1 - l_h \frac{1}{u} \frac{\partial}{\partial t} \right) \tau_a + \gamma \hat{\beta} (l_v - l_h) \frac{1}{u} \frac{\partial}{\partial t} \tau_h. \quad (1.12)$$

De plus, la pression fluctuante p peut être décomposée en deux variables, l'une acoustique p_a et l'autre entropique p_h , ce qui conduit à

$$p = p_a + p_h. \quad (1.13)$$

En régime harmonique, les variables p_a et p_h satisfont

$$p_a = \frac{\gamma \hat{\beta}}{\gamma - 1} (1 - ik l_h) \tau_a, \quad (1.14)$$

$$p_h = i\gamma \hat{\beta} k (l_v - l_h) \tau_h. \quad (1.15)$$

Ces deux variables p_a et p_h sont solutions des équations (1.11a) et (1.11b) respectivement

$$(\nabla^2 + k_a^2) p_a = 0, \quad (1.16a)$$

$$(\nabla^2 + k_h^2) p_h = 0. \quad (1.16b)$$

1.2. L'ÉQUATION DE PROPAGATION DES ONDES ACOUSTIQUES EN FLUIDE DISSIPATIF

Dans l'équation (1.15), le terme $(l_v - l_h)$ est de l'ordre de grandeur de 10^{-7} m ce qui permet d'écrire

$$|p_h| \ll |p_a|, \quad (1.17)$$

et ainsi de négliger la pression entropique p_h par la suite.

Dès lors, il est possible de formuler la loi traduisant les effets acoustiques produits lors de la propagation d'une onde mécanique et harmonique dans un fluide viscothermique, et hors des sources, par l'équation suivante

$$(\nabla^2 + k_a^2) p_a = 0. \quad (1.18)$$

De plus, le développement au 1^{er} ordre de grandeur de k_a , défini à l'équation (1.8), à l'aide de la formule de Taylor, donne

$$k_a = \frac{2\pi}{u}(f - ig^{vh}), \quad (1.19)$$

où le terme imaginaire ig^{vh} représente la dissipation énergétique due aux effets viscothermiques présents lors de la propagation de l'onde acoustique, terme qui est défini de la manière suivante

$$g^{vh} = \frac{\pi f^2}{u}(l_v + (\gamma - 1)l_h), \quad (1.20)$$

L'ordre de grandeur relative de g_{vh} , sur la bande fréquentielle allant de 4000 Hz à 30 000 Hz et pour des pressions statiques comprises entre 0,1 MPa et 0,7 MPa, est inférieur à 50×10^{-6} .

1.3 Le champ acoustique dans un résonateur sphérique

Le problème acoustique se résume ici à la détermination du champ dans un domaine D , borné par une paroi rigide S , matérialisée par une cavité sphérique de rayon a , illustré sur la figure 1.1.

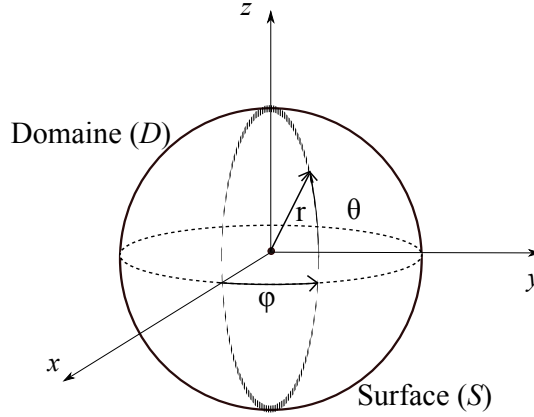


FIG. 1.1 – Schéma du problème acoustique

Le champ acoustique dans le domaine D est décrit par un potentiel de vitesse $\Psi(r, \theta, \varphi)$ (où $0 \leq r \leq a$, $0 \leq \theta \leq \pi$, $0 \leq \varphi \leq 2\pi$). La vitesse acoustique particulière $\vec{v}_a(r, \theta, \varphi)$ dérive de ce potentiel

$$\vec{v}_a(r, \theta, \varphi) = \vec{\nabla} \Psi(r, \theta, \varphi), \quad (1.21)$$

et, est solution de l'équation d'onde

$$(\nabla^2 + k_a^2) \Psi(r, \theta, \varphi) = 0. \quad (1.22)$$

La formule d'Euler permet de relier le champ de pression acoustique $p_a(r, \theta, \varphi)$ au potentiel de vitesse $\Psi(r, \theta, \varphi)$ par

$$p_a(r, \theta, \varphi) = -i\omega\rho\Psi(r, \theta, \varphi), \quad (1.23)$$

En coordonnées sphériques, avec pour origine le centre de la cavité décrite à la figure 1.1, les solutions de l'équation (1.10) prennent la forme

$$\Psi_{lmn}(r, \theta, \varphi) = \alpha_{lmn} j_l(k_{ln} r) Y_{lm}(\theta, \varphi), \quad (1.24)$$

où α_{lmn} est une constante de normalisation, $j_l(k_{ln} r)$ est la fonction de Bessel sphérique d'ordre l et la fonction Y_{lm} est appelée harmonique sphérique. Ces fonctions sont définies de la manière suivante

$$Y_{lm}^c(\theta, \varphi) = \cos(m\varphi) P_{lm}(\cos(\theta)) \quad (1.25)$$

$$Y_{lm}^s(\theta, \varphi) = \sin(m\varphi) P_{lm}(\cos(\theta)) \quad (1.26)$$

où les fonctions $P_{lm}(\cos(\theta))$ sont les fonctions de Legendre (avec $0 \leq m \leq l$), définies de la manière suivante

$$P_{lm}(\cos(\theta)) = (-1)^m (1 - \cos^2(\theta))^{m/2} \frac{d^m}{d\cos^m(\theta)} P_l(\cos(\theta)) \quad (1.27)$$

où les P_l sont les polynômes de Legendre, d'expression suivante

$$P_l = \frac{1}{2^l l!} \left[\frac{d^l}{d \cos^l(\theta)} (\cos^2(\theta) - 1)^l \right], \quad (1.28)$$

avec $P_0 = 1$ et $P_1 = \cos \theta$.

Le domaine D peut être alors sujet à des phénomènes de résonances acoustiques pour certaines fréquences. La condition aux limites aux parois, $r = a$, permet de résoudre le problème acoustique, et est définie comme suit

$$\partial_r \Psi_{lmn} + i k_{ln} \beta_p \Psi_{lmn} = 0, \quad (1.29)$$

où β_p correspond à l'admittance acoustique de la paroi due aux effets viscothermiques en $r = a$.

Deux hypothèses peuvent alors être posées. La première établit que les effets viscothermiques sont négligés, ce qui donne une admittance acoustique de la paroi $\beta_p = 0$. Autrement dit, la paroi est dans ce cas considérée comme parfaitement réfléchissante. La seconde hypothèse consiste à ne pas négliger ces effets en considérant l'admittance acoustique de la paroi $\beta_p \neq 0$ ¹.

1.3.1 Condition aux limites parfaite ($\beta_p = 0$)

Dans le cas du résonateur parfaitement sphérique rempli d'un gaz parfait, lorsque la paroi du résonateur est considérée comme totalement rigide et que les effets viscothermiques sont négligés ($k_a = \frac{\omega}{u}$ et $\beta_p = 0$), les valeurs des fréquences propres sont obtenues par l'égalité

$$f_{ln} = \frac{\nu_{ln}}{2\pi a} u, \quad (1.30)$$

où $\nu_{ln} = k_{ln} a$ est la valeur propre du mode (l, n) et correspond à la $n^{\text{ième}}$ racine de $j'_l(\nu_{ln})$. Comme le montre l'équation (1.30), les valeurs de ces fréquences de résonance ne dépendent pas de l'indice m du triplet lmn . Seuls les indices l et n sont à prendre en compte pour ce calcul. Deux types de mode de résonance sont alors différenciés.

Lorsque $l = 0$ le champ de pression acoustique ne dépend que de la variable spatiale r comme le montre l'équation (1.26). Son expression devient alors

$$p_{0n}(r) = A_{0n} j_0(k_{ln} r), \quad (1.31)$$

l'harmonique sphérique $Y_{00}(\theta, \phi)$ étant égale à 1.

Ces modes de résonance sont alors qualifiés de modes radiaux. La figure 1.2 montre le champ de pression acoustique normalisé dans une sphère pour différentes valeurs de l'indice n . Une des caractéristiques de ce type de mode est de ne présenter des minimums de pression

¹La première hypothèse est présentée dans ce manuscrit, bien qu'au final, l'admittance acoustique ne sera pas considérée comme étant nulle ; cela permet d'introduire de manière simplifiée le champ de pression acoustique dans le résonateur.

1.3. LE CHAMP ACOUSTIQUE DANS UN RÉSONATEUR SPHÉRIQUE

(ou nœuds de pression) que suivant la variable r , matérialisés par les zones claires sur la figure 1.2. N'ayant pas de dépendance angulaire, la pression acoustique est alors considérée uniforme en paroi.

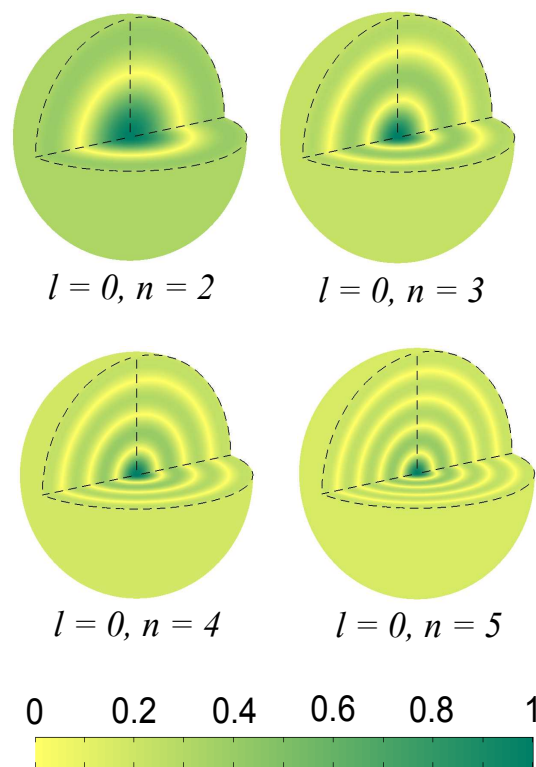


FIG. 1.2 – Représentation en 3D du champ de pression acoustique normalisé dans une cavité sphérique pour différents modes de résonance radiaux $(0,n)$

1.3. LE CHAMP ACOUSTIQUE DANS UN RÉSONATEUR SPHÉRIQUE

Lorsque $l \neq 0$, le champ de pression n'est plus constant suivant les angles θ et ϕ , présentant alors une non-homogénéité de pression acoustique en paroi du résonateur. De plus, le champ de pression total est composé de $2l + 1$ champs de pression dégénérés. L'expression du champ de pression acoustique total dans le résonateur s'écrit alors

$$p_{ln}(r, \theta, \varphi) = j_l(k_{ln}r) \sum_{m=0}^l \frac{1}{\alpha_{lmn}} Y_{lm}^{c,s}(\theta, \varphi), \quad (1.32)$$

avec

$$\alpha_{lmn} = (1 + \delta_{m0}) \pi a^3 (j_l(k_{ln}r))^2 \times \left(1 - \frac{l(l+1)}{(k_{ln}r)^2}\right) \frac{1}{2l+1} \frac{(l+m)!}{(l-m)!}, \quad (1.33)$$

où α_{lmn} est le coefficient de normalisation du champ de pression du mode lmn [41] et δ_{m0} est le symbole de Kronecker.

Dans le cadre de la mesure du niveau du champ de pression, une dépendance de la position du capteur par rapport à cette répartition énergétique est attendue pour les modes non-radiaux. La figure 1.3 montre le champ de pression acoustique dans le volume pour différents modes.

En pratique, les résonateurs ne sont équipés que d'un seul récepteur, rendant les mesures décrites dans cette étude dépendantes des champs de pression engendrés aux résonances. C'est l'une des raisons pour lesquelles les modes étudiés ne sont que les modes radiaux : la pression pour ces modes étant identique en tous points de la paroi.

Pour compléter ces informations, le tableau 1.1 répertorie les valeurs des valeurs propres des modes dont les champs de pression sont présentés aux figures 1.2 et 1.3 ainsi que celles des modes $(0,8)$ et $(0,9)^2$.

²Cette liste n'est pas exhaustive car sur la bande fréquentielle correspondant aux fréquences de résonance d'une sphère de rayon $a = 0,05$ m, remplie d'argon à la température $T = 273,16$ K ainsi qu'à la pression $P = 0,1$ MPa ([2000-26000] Hz), 91 fréquences de résonance sont dénombrées.

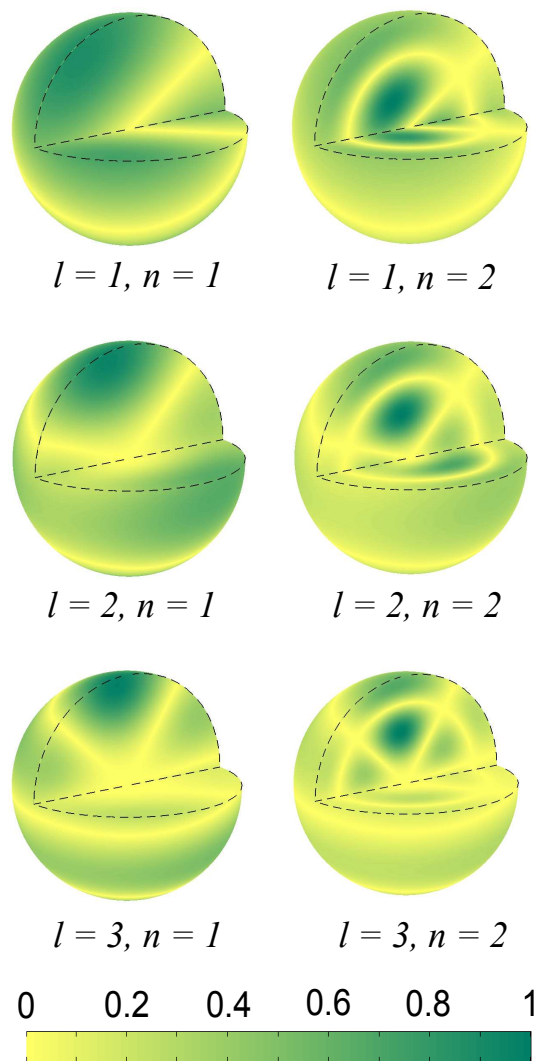


FIG. 1.3 – Représentation en 3D du champ de pression acoustique normalisé dans une cavité sphérique pour différents modes de résonance non radiaux (l, n)

1.3. LE CHAMP ACOUSTIQUE DANS UN RÉSONATEUR SPHÉRIQUE

TAB. 1.1 – Valeurs propres, classées de manière croissante, de modes radiaux ($l = 0$), ainsi que non radiaux ($l \neq 0$).

Indices l et n	Valeur propre
$l = 1, n = 1$	2,081576
$l = 2, n = 1$	3,342094
$l = 0, n = 2$	4,493409
$l = 3, n = 1$	4,514099
$l = 1, n = 2$	5,940367
$l = 2, n = 2$	7,289932
$l = 0, n = 3$	7,725252
$l = 3, n = 2$	8,583755
$l = 0, n = 4$	10,90412
$l = 0, n = 5$	14,06619
$l = 0, n = 8$	23,51945
$l = 0, n = 9$	26,66605

1.3.2 Condition aux limites non-parfaite ($\beta_p \neq 0$)

Dans cette étude, les conditions de réflexion en paroi ne sont pas considérées parfaites, et il est nécessaire de considérer une admittance acoustique en paroi β_p non nulle. La condition à la frontière (1.29) en $r = a$ donne alors l'équation des fréquences propres suivante

$$k_{ln} j_l'(k_{ln} a) = -i k_{ln} \beta_p j_l(k_{ln} a). \quad (1.34)$$

Afin de prendre en compte les effets viscothermiques, une correction ε_{ln} est apportée à ν_{ln} telle que

$$k_{ln} a = \nu_{ln} + \varepsilon_{ln}^p. \quad (1.35)$$

Le développement de la relation (1.34) par la formule de Taylor, au 1^{er} ordre de ε_{ln}^p , s'écrit

$$\frac{\varepsilon_{ln}^p}{a} \nu_{ln} j_l''(\nu_{ln}) = -i \frac{\nu_{ln}}{a} \beta_p j_l(\nu_{ln}), \quad (1.36)$$

or le rapport $j_l(\nu_{ln})/j_l''(\nu_{ln})$ est calculé en écrivant la relation $(\partial_{rr}^2 + k_r^2)j_l(\nu_{ln}) = 0$, où le nombre d'onde k_r s'écrit de la manière suivante en coordonnées sphériques

$$k_r^2 = \frac{\nu_{ln}^2}{a^2} - \frac{l(l+1)}{a^2}, \quad (1.37)$$

soit

$$\frac{j_l(\nu_{ln})}{j_l''(\nu_{ln})} = \frac{1}{1 - l(l+1)/\nu_{ln}^2}. \quad (1.38)$$

D'où l'égalité suivante

$$\varepsilon_{ln}^p = i \frac{\beta_p}{1 - l(l+1)/\nu_{ln}^2}, \quad (1.39)$$

où l'admittance acoustique de la paroi β_p s'écrit [38]

$$\beta_p = \frac{1+i}{\sqrt{2}} \sqrt{k_{ln}} \left[\left(1 - \frac{k_r^2}{k_{ln}^2}\right) \sqrt{l'_v} + (\gamma - 1) \sqrt{l'_h} \right]. \quad (1.40)$$

En remplaçant dans le facteur $\left(1 - \frac{k_r^2}{k_{ln}^2}\right)$ l'expression de k_r^2 donnée par l'équation (1.37), il vient,

$$\beta_p = \frac{1+i}{\sqrt{2}} \sqrt{k_{ln}} \left[\frac{l(l+1)}{a^2 k_{ln}^2} \sqrt{l'_v} + (\gamma - 1) \sqrt{l'_h} \right]. \quad (1.41)$$

Au final, le terme correctif au nombre d'onde propre s'exprime sous la forme suivante

$$\frac{\varepsilon_{ln}^p}{a} = -\frac{1-i}{a} \sqrt{\frac{\nu_{ln}}{2}} \left[\frac{l(l+1)}{\nu_{ln}^2} \sqrt{l'_v} + (\gamma - 1) \sqrt{l'_h} \right] \frac{1}{1 - l(l+1)/\nu_{ln}^2}. \quad (1.42)$$

L'équation (1.42) exprimant la correction due aux conditions aux limites, l'équation (1.35) devient

$$k_{ln}^p = k_{ln} + \frac{\varepsilon_{ln}^p}{a} \quad (1.43)$$

où k_{ln}^p est le nombre d'onde acoustique du mode de résonance (l,n) prenant en compte les phénomènes viscothermiques en paroi. La variation Δf_{ln}^p sur la fréquence de résonance f_{ln} du mode (l,n) ainsi que la contribution sur la largeur à mi-hauteur du pic de résonance g_{ln}^p s'écrivent alors

$$k_{ln}^p = \frac{2\pi}{u} f_{ln} + \Delta f_{ln}^p + i g_{ln}^p \quad (1.44)$$

où

$$\Delta f_{ln}^p + i g_{ln}^p = \frac{u}{2\pi a} \varepsilon_{ln}^p. \quad (1.45)$$

1.4 Conclusion

Dans ce premier chapitre, les effets viscothermiques qui sont présents lors de la propagation d'ondes acoustiques dans un résonateur sphérique parfait sont abordés. Ainsi, à la résonance des modes dont les champs de pression ne dépendent uniquement que du rayon, le modèle analytique connu est présenté dans le but de quantifier le décalage fréquentiel ainsi que la dissipation énergétique liés aux effets décrits précédemment.

En plus des effets viscothermiques dans le volume g_{0n}^{vh} présentés dans la section 1.2 et ceux en paroi du résonateur Δf_{ln}^p dans la section 1.3, il existe d'autres effets qui modifient les valeurs des fréquences propres f_{ln} et qui engendrent de la dissipation énergétique.

Le modèle doit alors prendre en compte les contributions de ces divers phénomènes. En effet, le résonateur acoustique présente des particularités de conception et géométriques qui influencent également le champ acoustique.

Pour aboutir à un modèle acoustique complet, les éléments suivants sont alors traités dans le chapitre 2 :

- les imperfections de la paroi du résonateur (microphones, tubes) ;
- les vibrations de la coque du résonateur liées au couplage fluide-structure ;
- les déformations suivant les trois axes du rayon moyen de la cavité (forme intérieure tri-ellipsoïdale).

Chapitre 2

Les résonances acoustiques dans une sphère réelle

2.1 Introduction

2.1.1 Présentation du modèle acoustique

Le modèle acoustique final présenté dans ce chapitre convient pour un résonateur de forme sphérique et de rayon intérieur moyen $a = 0,05$ m. Les calculs de corrections sont réalisés pour de l'argon, à des pressions statiques P comprises entre 0,05 et 0,7 MPa. La température d'étude est la température du point triple de l'eau, $T_{PTE} = 273,16$ K. Comme précisé dans l'Introduction, il s'agit de la température pour laquelle l'incertitude de mesure est la plus faible.

Ces calculs, qui ne peuvent se faire sans connaître les propriétés thermophysiques du gaz utilisé, sont obtenus à l'aide du logiciel RefProp [42] (excepté pour la conductivité thermique de l'argon, connue par les travaux de May *et al.* [43]).

RefProp est un logiciel développé par le National Institute of Standards and Technology (NIST, Etats-Unis). Il permet d'estimer les propriétés thermophysiques des fluides purs et mélanges, communément utilisés dans l'industrie. La réalisation de ces calculs est basée sur des modèles des propriétés thermodynamiques de fluides et mélanges les plus précis connus à ce jour à partir de la même équation d'état. Le coefficient de conductivité thermique de l'argon λ est par contre estimé à partir des résultats d'autres travaux expérimentaux [43].

Le domaine fréquentiel d'étude se situe autour des valeurs des fréquences des modes radiaux $(0, n)$, avec $2 < n < 5$, $n = 8$ et $n = 9$; ces modes étant ceux retenus lors de l'expérience. Comme expliqué dans la section 1.3, ainsi que montré aux figures 1.2 et 1.3, les modes non-radiaux ne seront pas retenus pour ce projet. Les modes $(0,6)$ et $(0,7)$ ne sont pas étudiés car leurs fréquences de résonance sont proches d'une fréquence du mode de la coque du résonateur, cela engendrant un décalage non négligeable sur celles-ci, effet abordé plus en détail dans la section 2.6 de ce chapitre.

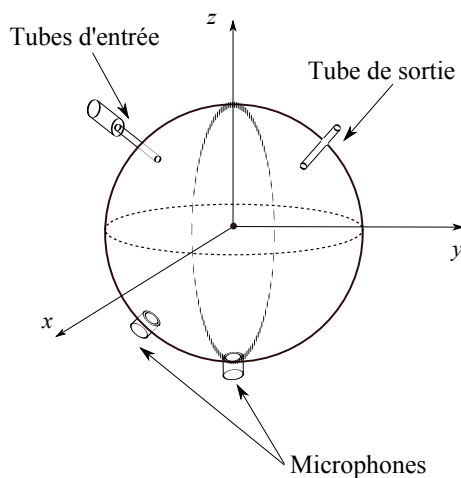


FIG. 2.1 – Schéma simplifié du résonateur

2.1.2 Homogénéisation avec les notations de la communauté de la thermométrie acoustique dans les gaz

Dans la suite du manuscrit, les notions de longueur caractéristique de diffusion visqueuse l'_v et thermique l_h présentées aux équations (1.3) et (1.6) sont remplacées par les épaisseurs des couches limites (ou de diffusions) viscothermiques.

Les épaisseurs des couches limites visqueuses et thermiques sont définies respectivement de la manière suivante :

$$\delta_v = \sqrt{\frac{2l'_v}{k}} = \sqrt{2\mu/\rho\omega}, \quad (2.1)$$

$$\delta_h = \sqrt{\frac{2l_h}{k}} = \sqrt{2\lambda/\rho C_p \omega}. \quad (2.2)$$

Ces notions et notations étant majoritairement employées par la communauté de la thermométrie acoustique dans les gaz (par exemple [30]) ainsi que dans la communauté métrologique, les équations (1.20) et (1.45) qui expriment les corrections dues aux effets viscothermiques présents dans le résonateur seront donc, dans la suite du manuscrit, définies en fonction de δ_v et δ_h .

La différence entre les deux notations est que les longueurs de diffusion l'_v et l_h sont des caractéristiques du milieu de propagation des ondes alors que les épaisseurs δ_v et δ_h sont en plus fonction de la fréquence d'étude.

2.2 Les couches limites thermiques

L'effet des couches limites viscothermiques a été développé à la section 1.3. Il est exprimé ici sous le formalisme de la communauté de la thermométrie acoustique, présenté dans la section 2.1.2.

Les effets des couches limites viscothermiques engendrent les corrections les plus importantes dans le modèle acoustique final. Afin de prendre en compte ces perturbations sur la large gamme de pression d'étude, il est nécessaire de différencier deux conditions sur l'équilibre de la température aux limites. Tout d'abord, la température sera considérée comme étant à l'équilibre entre la paroi et le fluide. Ensuite, un écart non négligeable de température sera considéré, ajoutant alors un second terme à la correction obtenue au cas précédent ; effet qui est inversement proportionnel à la densité du gaz.

2.2.1 Continuité de la température en paroi

L'équation (1.45) montre que les couches limites viscothermiques engendrent une correction Δf_{0n}^p et une dissipation énergétique qui contribue à un élargissement g_{0n}^p du pic de résonance à mi-hauteur tel que

$$\frac{\Delta f_{0n}^p + i g_{0n}^p}{f_{0n}} = (i - 1) \frac{(\gamma - 1) \delta_h}{2 a}. \quad (2.3)$$

Il est possible de voir que la formule, pour les modes radiaux, n'est plus fonction des épaisseurs des couches limites visqueuses δ_v . Aussi, l'appellation *viscothermique* qui concerne les couches limites, est remplacée dorénavant par *thermique*. De plus, du fait du facteur $(i - 1)$ dans l'équation (2.3), il vient l'égalité suivante

$$|\Delta f_{0n}^p| = |g_{0n}^p|. \quad (2.4)$$

La largeur à mi-hauteur du pic de résonance étant une donnée qui est également accessible expérimentalement, elle sera alors comparée à celle calculée théoriquement dans la section 5.3 afin d'avoir une estimation qualitative du modèle de correction acoustique.

La figure 2.2 présente l'ordre de grandeur relative des corrections induites par cet effet sur les fréquences.

Cet effet étant le plus important, et ne tendant pas vers zéro lorsque la pression statique est nulle, deux solutions peuvent être proposées pour diminuer son effet. Tout d'abord, il est possible d'augmenter le rayon du résonateur, comme le montre la figure 2.3 : à pression et à température constante, ainsi que pour un même mode, la correction varie en \sqrt{a}/a ,

$$\frac{\Delta f_{0n}^p + i g_{0n}^p}{f_{0n}} = (i - 1) \frac{\gamma - 1}{2} \sqrt{\frac{2\lambda}{\rho u C_p \nu_{0n}}} \frac{\sqrt{a}}{a}. \quad (2.5)$$

Une seconde solution est de changer le gaz d'étude ¹. Ainsi, les propriétés thermophysiques du milieu de propagation, notamment le coefficient de conduction thermique λ

¹À l'heure actuelle, seul l'argon et l'hélium sont utilisés. En effet, l'incertitude de la composition du gaz liée aux nombres d'isotopes que possèdent le gaz d'étude justifie leur utilisation ou non. Ainsi, l'hélium a 2 isotopes stables (dont ⁴He qui est présent à 99,999 %) et l'argon en a 3 (dont ⁴⁰Ar présent à plus de 99,6 %). Le néon possède également 3 isotopes stables (dont ²⁰Ne présent à 90 %), le krypton en possède 6 et le xenon quant à lui 7.

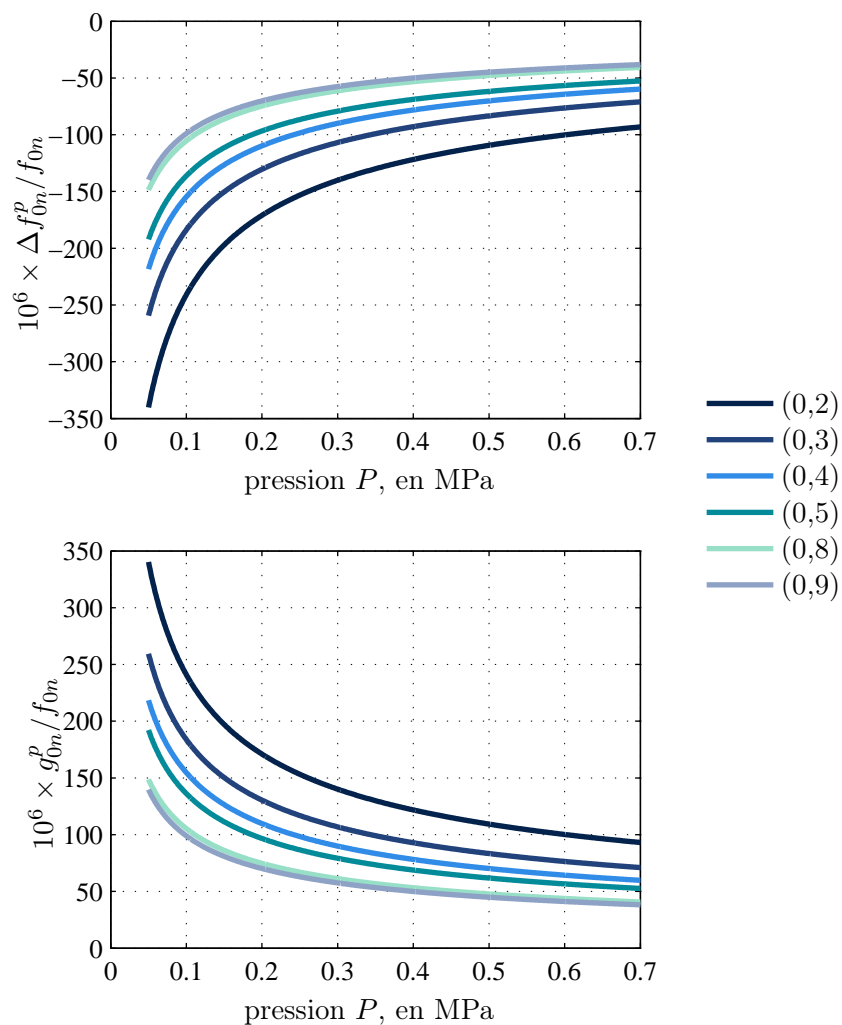


FIG. 2.2 – Estimation pour les modes (0,2) à (0,9) du décalage fréquentiel Δf_{0n}^p , et de la largeur à mi-hauteur Δg_{0n}^p , dû aux couches limites thermiques dans de l'argon pour un résonateur sphérique de rayon $a = 0,05$ m, à $T = 273,16$ K.

2.2. LES COUCHES LIMITES THERMIQUES

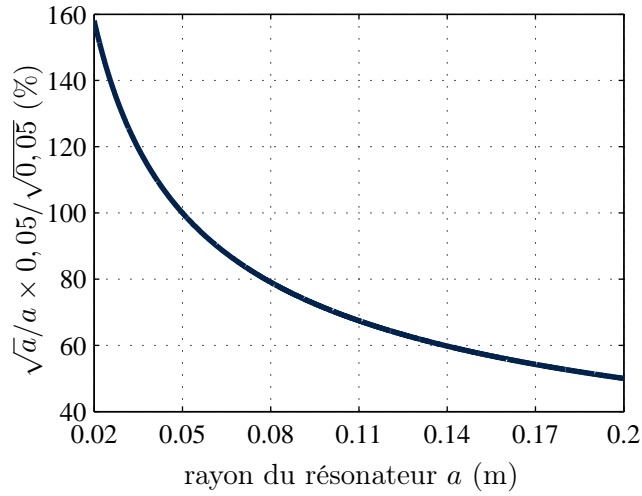


FIG. 2.3 – Contribution du rayon sur l’effet des couches limites thermiques Δf_{0n}^p , normalisé pour une sphère de rayon $a = 0,05$ m.

(équations (1.6) et (2.2)), vont modifier ces corrections. La figure 2.4 montre l’effet des couches limites thermiques sur le décalage fréquentiel du mode 02, pour cinq gaz monoatomiques, dont les propriétés thermophysiques, à $P = 0,1$ MPa et $T = 273,16$ K, sont données dans le tableau 2.1.

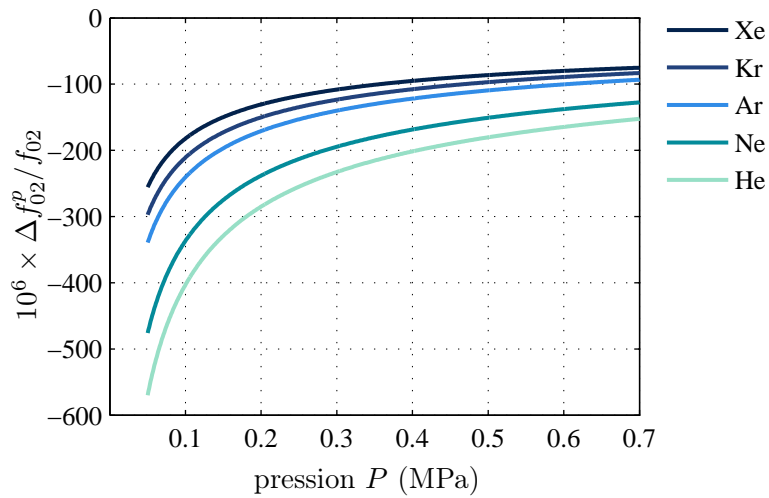


FIG. 2.4 – Décalage fréquentiel pour le mode (0,2) Δf_{02}^p dû aux couches limites thermiques en fonction de la pression statique P , estimé pour différents gaz monoatomiques.

2.2. LES COUCHES LIMITES THERMIQUES

TAB. 2.1 – Propriétés thermophysiques de He, Ne, Ar, Kr et Xe à $P = 0,1$ MPa et $T = 273,16$ K [42, 43].

	He	Ne	Ar	Kr	Xe
M (u)	4,0026	20,179	39,948	83,804	131,30
ρ ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$)	0,17615	0,88809	1,7606	3,7	5,8207
u ($\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$)	972,90	433,35	307,86	212,37	169,29
λ ($\text{W} \cdot \text{K}^{-1}$)	146,19	45,412	16,372	8,6381	5,1066
μ ($\mu\text{Pa} \cdot \text{s}$)	18,694	29,385	20,956	23,220	21,215
C_p ($\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$)	5,930	1,0304	0,52183	0,24946	0,16058
γ	1,6665	1,6669	1,6702	1,6733	1,6796

2.2.2 Discontinuité de la température en paroi

L'équation (2.3) est valable dans l'hypothèse de la continuité de la température entre le gaz et la paroi à l'interface. Cependant, il est nécessaire d'ajouter aux conditions aux limites un terme correctif rendant compte d'une discontinuité de température en paroi du résonateur [44]. La différence de température entre le gaz et la paroi à l'interface est estimée grâce à la théorie du mouvement [45] et est donnée par

$$\Delta\tau(r = a) = \frac{J_t l_{at}}{\lambda} \quad (2.6)$$

où J_t est le flux normal de chaleur à travers l'interface *gaz-paroi*, et l_{at} est la longueur caractéristique d'accommodation thermique du gaz. Cette longueur, pour un gaz monoatomique, est connue grâce à

$$l_{at} = \frac{\lambda}{P} \sqrt{\frac{\pi MT}{2R} \frac{2-h}{2h}} \quad (2.7)$$

où $0 < h \leq 1$ est le coefficient d'accommodation thermique [45]. Ce coefficient rend compte de la capacité de l'échange thermique entre le gaz et la paroi. Il est lié notamment à l'état de surface interne du résonateur d'un point de vue mécanique (rugosité), chimique (adsorption de particule) mais aussi du gaz d'étude (masse atomique). Pour les meilleures conditions d'accommodation, $h = 1$. A titre d'exemples pour l'argon, à $P = 0,1$ MPa et à $T = 273,16$ K, la longueur d'accommodation thermique vaut 118 nm pour $h = 1$, et 275 nm lorsque $h = 0,6$.

L'admittance acoustique β_p de la paroi interne du résonateur définie à l'équation 1.41 s'exprime alors, pour les modes radiaux et à partir de la relation donnée à l'équation 2.2,

$$\beta_p = (\gamma - 1) \frac{\pi f_{0n}}{u} (\delta_h (1 + i) + 2i l_{at}) \quad (2.8)$$

Le terme correctif $\epsilon_{0n}^{p'}$ sur les valeurs propres ϵ_{0n} uniquement lié au saut de température s'écrit

$$\epsilon_{0n}^{p'} = -(\gamma - 1) k_{0n} l_{at}. \quad (2.9)$$

Au final, les fréquences de résonance sont alors modifiées par

$$\frac{\Delta f^{p'}}{f_{0n}} = \frac{(\gamma - 1)}{a} l_{at}. \quad (2.10)$$

La figure 2.5 montre la contribution de cet effet en fonction de la pression, pour différentes valeurs de h , pour de l'argon et à $T = 273,16$ K.

Cet effet peut être diminué en agissant sur trois paramètres. Le premier est le rayon, l'effet variant en $1/a$. Le second est l'état de surface interne du résonateur, une surface faiblement rugueuse augmentant l'accommodation thermique et donc la valeur de h [46]. En effet, si lors de la conception du résonateur, les techniques d'usinage le permettent, la surface peut alors être faiblement rugueuse. Le dernier paramètre est, comme pour les couches limites, lié à la nature du gaz.

Un modèle théorique dit du "*soft-cube*" permet d'estimer les valeurs de h [47, 48]. Cette estimation est basée sur l'interaction d'une particule de gaz et d'une particule de la surface,

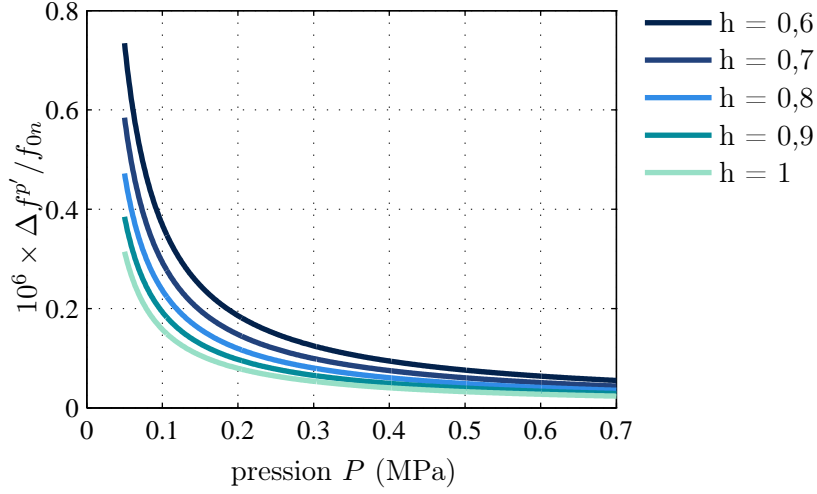


FIG. 2.5 – Décalage fréquentiel dû à la discontinuité de température entre le gaz et la paroi du résonateur, à l’interface ($r = a$), pour de l’argon et à $T = 273,16$ K.

modélisée par système masse-ressort. Le coefficient d’accommodation thermique est alors défini comme suit

$$h = 2,4 \frac{\mu_M}{(1 + \mu_M)^2} \quad (2.11)$$

où $\mu_M = M_g/M_s$ est le rapport entre la masse molaire du gaz M_g et celle de la particule de la surface M_s . Le tableau 2.2 présente les estimations de h obtenues pour différents gaz monoatomiques interagissant avec une surface de cuivre (ici $M_s = 63,546$ u). De plus, ce tableau répertorie des valeurs mesurées lors de précédentes études [46].

TAB. 2.2 – Estimation du coefficient d’accommodation thermique h à $T = 273,16$ K, pour une surface en cuivre et pour différents gaz monoatomiques [42].

	He/Cu	Ne/Cu	Ar/Cu	Kr/Cu	Xe/Cu
μ_M	0,06	0,32	0,63	1,32	2,07
h (théorique)	0,13	0,44	0,57	0,59	0,53
h (expérimentale)	0,37	0,7	0,88	0,98	0,98

Les écarts peuvent notamment s’expliquer car cette approximation ne prend pas en compte les potentiels d’interaction entre les atomes. De plus, l’approximation du “*soft-cube*” a une limite : lorsque $\mu_M \approx 1$, l’équation (2.11) devient inappropriée.

Le coefficient d’accommodation thermique ne pouvant pas être estimé théoriquement, c’est la raison pour laquelle il sera mesuré dans cette étude (voir section 5.2.2).

Cependant, à titre d’exemple, la figure 2.6 présente une estimation de l’ordre de grandeur du décalage fréquentiel Δf^p qui pourrait être observé dans un résonateur en cuivre de rayon $a = 0,05$ m pour différents gaz monoatomiques, à partir des valeurs expérimentales de h répertoriées dans le tableau 2.2.

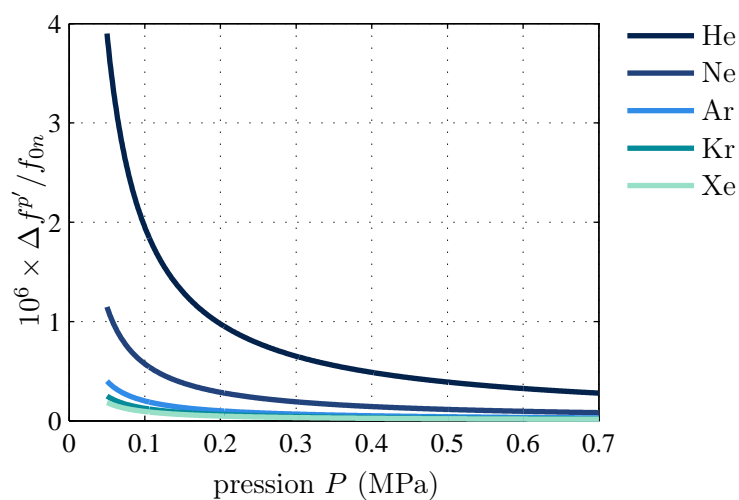


FIG. 2.6 – Décalage fréquentiel $\Delta f_{0n}^{p'}$ dû au saut de température en paroi du résonateur en fonction de la pression statique P , estimé pour différents gaz monoatomiques.

2.3 La dissipation due à la propagation dans le volume

En prenant en compte les équations (1.20), (2.1) et (2.2), l'élargissement du pic de résonance, lié à la dissipation énergétique dans le volume aux fréquences des modes radiaux $(0,n)$, s'exprime de la manière suivante :

$$\frac{g_{0n}^{vh}}{f_{0n}} = \left(\frac{\omega_{0n}}{2u}\right)^2 \times \left((\gamma - 1)\delta_h^2 + \frac{4}{3}\delta_v^2\right), \quad (2.12)$$

Le figure 2.7 représente la variation de l'élargissement g_{0n}^{vh}/f_{0n} pour les différents modes radiaux lorsque la pression du milieu change.

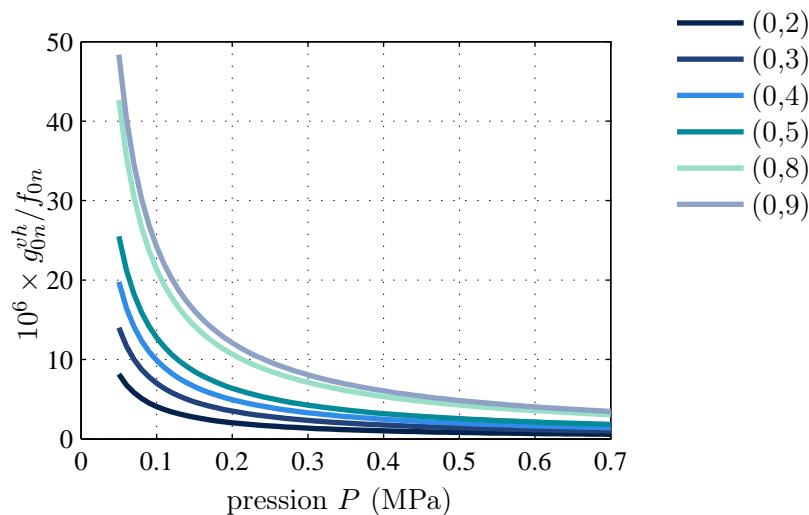


FIG. 2.7 – Largeur à mi-hauteur g_{0n}^{vh}/f_{0n} due à la dissipation énergétique liée à la propagation des ondes acoustiques dans un volume d'argon, à $T = 273,16$ K

Une fois encore, cet effet peut être diminué en modifiant le milieu de propagation des ondes acoustiques. En reprenant les cinq gaz évoqués à la section 2.2, il est possible d'observer la contribution de la composition du milieu sur la dissipation énergétique, comme le montre la figure 2.8 pour le mode $(0,2)$.

2.3. LA DISSIPATION DUE À LA PROPAGATION DANS LE VOLUME

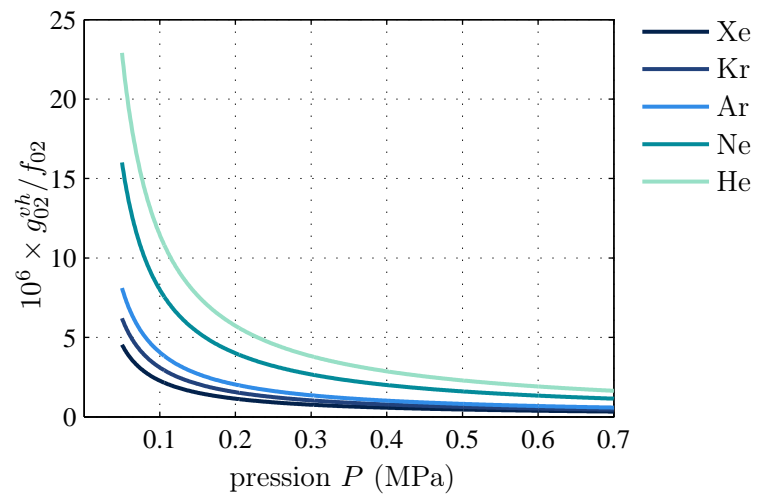


FIG. 2.8 – Contributions de cinq gaz monoatomiques sur la largeur à mi-hauteur du mode (0,2)

2.4 Les imperfections de la paroi du résonateur

Dans la partie 1.3, la paroi interne du résonateur acoustique est considérée comme uniforme, entraînant une définition de l'admittance acoustique en paroi β_p donnée à l'équation (1.41). Cependant, la présence de deux transducteurs acoustiques ainsi que de deux tubes capillaires en paroi de ce résonateur modifie cette admittance. Ces divers éléments localisés ont une influence sur la mesure de la fréquence de résonance [49], définie de la manière suivante

$$\frac{\Delta f_{0n} + i g_{0n}}{f_{0n}} = i \frac{\beta_e S_e}{S_p \nu_{0n}}, \quad (2.13)$$

où β_e est l'admittance acoustique de l'élément perturbateur, S_e et S_p sont les surfaces de l'élément perturbateur et du résonateur respectivement.

2.4.1 L'influence des transducteurs acoustiques en paroi

Les deux transducteurs acoustiques ont également leur propre admittance acoustique. Dans l'expérience décrite dans ce manuscrit, il s'agit de deux microphones électrostatiques de diamètre 1/4 de pouce (1/4"), soit 0,635 cm.

À ce jour, et dans les expériences similaires à celle décrite dans ce manuscrit, deux modèles de correction sont utilisés. Le premier modèle présenté est celui le plus couramment retenu lors de l'analyse des données. Son avantage étant de ne dépendre que des paramètres basiques du fluide et d'une propriété mécanique du transducteur. Le second modèle, plus complexe quant à lui, prend en compte le fort couplage existant entre le fluide et la structure.

i) Modèle simplifié du microphone électrostatique

En approximation basses fréquences, l'admittance acoustique $Y_{a,m}$ de la membrane de ce transducteur de surface S_m peut être considérée comme une compliance acoustique $C_{a,m}$ [50] égale à

$$C_{a,m} = \frac{\pi a_m^4}{8 T_m}, \quad (2.14)$$

où a_m et T_m sont respectivement le rayon et la tension de la membrane du microphone. En posant

$$\beta_{a,m} = i \omega \rho u \chi, \quad (2.15)$$

l'admittance acoustique réduite de la membrane du transducteur, où $\chi = C_{a,m}/S_m$ est la compliance mécanique par unité de surface de la membrane. Le décalage fréquentiel engendré par la présence de deux microphones en paroi du résonateur est

$$\frac{\Delta f^{tr}}{f_{0n}} = i \frac{\beta_{a,m} 2 S_m}{S_p \nu_{0n}} = -\rho u^2 \chi \frac{S_m}{\pi a^3} \quad (2.16)$$

La valeur de la compliance mécanique de la membrane χ a été estimée par le fabricant, et ne comporte pas de partie imaginaire. Les microphones utilisés dans cette étude sont des microphones électrostatiques (modèle 4939) de la marque Brüel & Kjær. Leur compliance

2.4. LES IMPERFECTIONS DE LA PAROI DU RÉSONATEUR

mécanique est égale à $1,5 \times 10^{-10} \text{ m} \cdot \text{Pa}$. Le décalage fréquentiel $\Delta f^{tr}/f_{0n}$ est donné en figure 2.9.

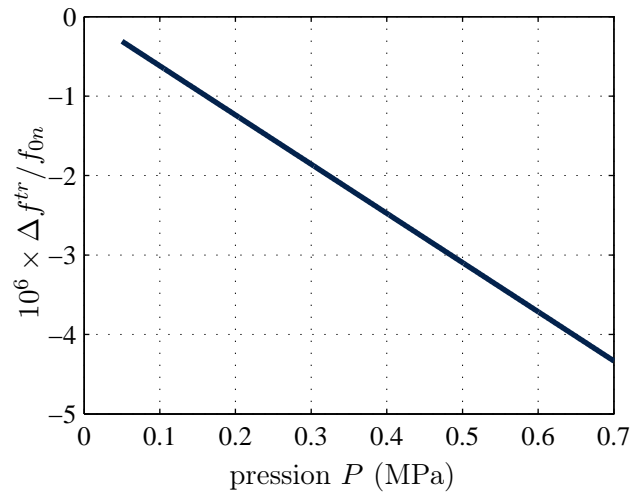


FIG. 2.9 – Décalage fréquentiel $\Delta f^{tr}/f_{0n}$ dû à la présence de deux microphones 1/4" en paroi du résonateur

ii) Modèle complexe du microphone électrostatique

De récents travaux de recherche au LCM/LNE-CNAM en collaboration avec l'INRiM ainsi que le Laboratoire d'Acoustique de l'Université du Maine (LAUM, Le Mans) ont permis d'aboutir à une connaissance plus précise de l'influence de ces transducteurs sur les mesures. Cette étude expérimentale et théorique, basée sur un modèle de transducteur plus complexe [51], permet entre autres, d'affiner les corrections Δf^{tr} à apporter [52]. Le modèle développé en 1994, prend notamment en compte le couplage important qui existe entre la structure (la membrane du transducteur) et le fluide (air, argon, hélium), effet qui est négligé dans la modélisation présentée précédemment. Ainsi, le décalage fréquentiel dû à la présence de ces deux transducteurs en paroi du résonateur est désormais dépendant de l'interaction entre leur membrane et le fluide qui les entoure, mais est aussi fonction de la fréquence. La correction sur la fréquence de résonance devient alors

$$\frac{\Delta f_{0n}^{tr} + ig_{0n}^{tr}}{f_{0n}} = 2 \times \frac{i\rho u Y_{a,m}}{S_p \nu_{0n}}, \quad (2.17)$$

où l'expression de l'admittance $Y_{a,m}$ ainsi que son calcul, sont détaillés dans [52]. Ce modèle prend en compte l'élargissement à mi-hauteur du pic de résonance lié à la présence de transducteur en paroi, qui est présenté à la figure 2.10. De plus, la figure 2.10 présente les corrections à appliquer pour les modes radiaux (0,2) à (0,9) dans une sphère de rayon $a = 0,05$ m, et pour deux microphones 1/4 " (type 4939 de chez B&K).

iii) Comparaison entre les deux modèles de microphone et choix de la correction

Les figures 2.9 et 2.10 montrent que la dépendance fréquentielle de la correction n'est pas négligeable. Cependant, le modèle complexe nécessite de connaître finement les paramètres du microphone pour pouvoir estimer les corrections, données qui peuvent ne pas être accessibles.

Pour finir, l'extrapolation à pression nulle des deux modèles de correction pour le microphone tend vers 0. Ainsi, pour cette étude le choix entre ces deux modèles n'affectera pas la détermination de $u^2(T_{PTE}, 0)$, ce qui permet d'utiliser le modèle simplifié.

A terme, le modèle complexe sera probablement celui utilisé, les mesures décrites ici étant amenées à être plus précise dans un futur proche. Il sera donc nécessaire de modéliser d'une manière plus fine possible les effets perturbateurs présents dans le résonateur.

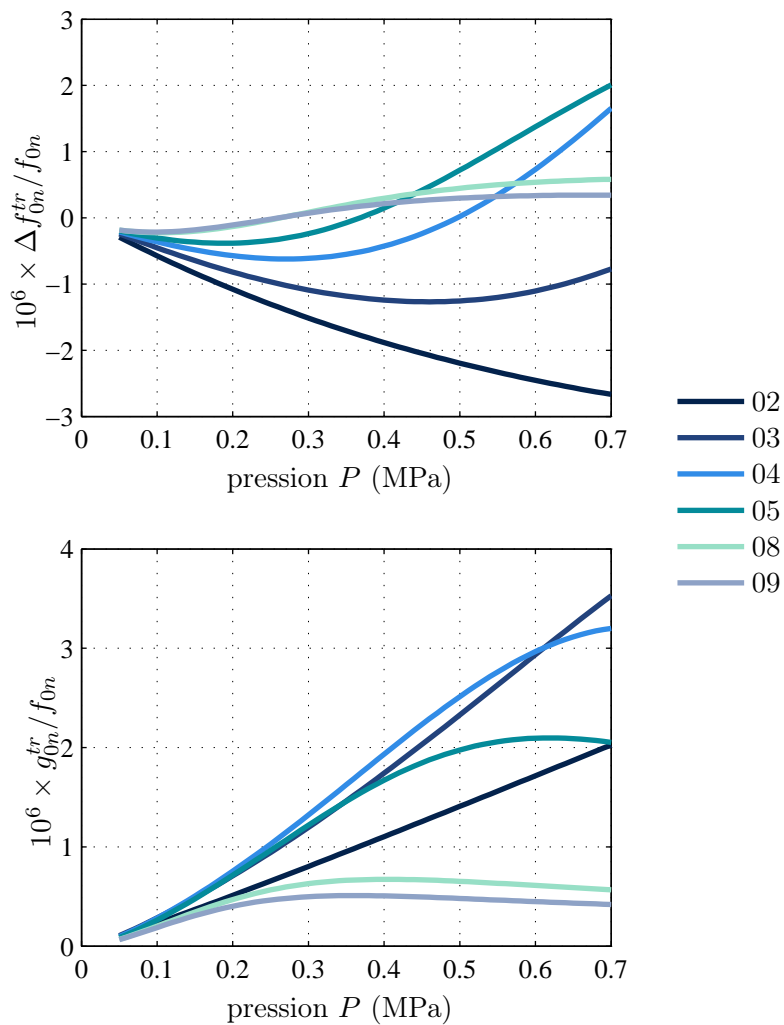


FIG. 2.10 – Décalage fréquentiel Δf_{0n}^{tr} et contribution à la largeur à mi-hauteur du pic de résonance g_{0n}^{tr} dus à la présence de deux microphones 1/4" (type 4939) en paroi du résonateur pour les modes (0,2) à (0,9), d'après les données constructeurs données dans [53]

2.4.2 Effet des tubes, optimisation du dimensionnement

Dans le but de contrôler la pureté du gaz contenu dans le résonateur, il est nécessaire de le renouveler en continu afin d'évacuer toute impureté en cas de dégazage des parois, par exemple. En effet, la présence d'impureté modifie la masse molaire du milieu de propagation et ainsi, sa vitesse du son ([54, 55] et section 4.4).

Afin de créer le débit de gaz permettant ce renouvellement, deux tubes de faible rayon sont montés en paroi du résonateur acoustique. Cependant, ce montage va modifier localement l'impédance acoustique β_p de la paroi. En reprenant l'équation 2.13 et en y remplaçant le terme $\beta_e S_e$ par $\rho u/Z_{in}$, celle ci devient

$$\frac{\Delta f_{0n}^t + i g_{0n}^t}{f_{0n}} = \frac{i \rho u}{S_p \nu_{0n} Z_{in}}, \quad (2.18)$$

où Z_{in} est l'impédance acoustique d'entrée du tube. Cette correction n'est valable qu'en dessous de la fréquences de coupure des tubes afin que la condition d'onde plane soit respectée. Pour un tube de rayon a_t , cette fréquence est donnée pour $f_c = 0,29 \frac{u}{a_t}$ [56]. Pour des tubes de rayon 0,254 mm, 0,381 mm et 0,508 mm, ces fréquences de coupures, dans de l'argon à $P = 0,1$ MPa et $T = 273,16$ K, sont respectivement de 351494 Hz, 234329 Hz et 175747 Hz, ce qui est bien supérieur aux fréquences d'étude, qui se situent sur la gamme fréquentielle allant de 4000 à 30000 Hz.

Une étude de Mehl *et al.* portant sur les résonateurs quasi sphériques permet d'estimer ces corrections en calculant l'impédance acoustique de ces tubes [49].

Ainsi en utilisant l'analogie électroacoustique, il est possible de connaître le terme Z_{in} . Gillis *et al.* [57] rapporte le développement des calculs permettant d'obtenir les expressions qui suivent.

Pour ce modèle, deux circuits équivalents sont à réaliser. La première analogie qui est exposée ci-après correspond à celle du tube à section constante monté en paroi du résonateur. Sur la figure (2.1), ce montage est nommé *Tube de sortie*. La seconde analogie présentée correspond à celle du montage composé de l'assemblage de deux tubes de section différente, monté en paroi du résonateur, nommés *Tubes d'entrée* sur la figure (2.1).

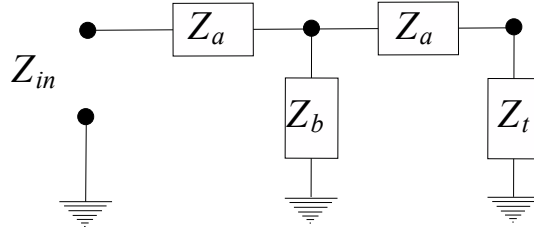
i) Cas du tube simple

Dans le cas du montage *tube simple + sphère*, l'analogie donne un circuit électrique en T, schématisé sur la figure 2.11 [58].

L'impédance d'un tube débouchant sur un volume V et terminé par une impédance Z_t est donnée par

$$Z_{in} = Z_a + \frac{Z_b (Z_a + Z_t)}{Z_b + Z_a + Z_t} \quad (2.19)$$

où les termes Z_a et Z_b correspondent aux impédances caractéristiques du tube de longueur


 FIG. 2.11 – Circuit équivalent du montage *tube simple + sphère*.

l_t . Elles sont définies par

$$Z_a = Z_0 \tanh\left(\frac{\Gamma l_t}{2}\right), \quad (2.20)$$

$$Z_b = \frac{Z_0}{\sinh(\Gamma l_t)}, \quad (2.21)$$

où Z_0 est l'impédance spécifique du tube et Γ est une constante de propagation des ondes dans le tube. En basses fréquences (hypothèse ondes planes suivant la section des tubes) et pour un tube de section $S_t = \pi a_t^2$, l'impédance spécifique Z_0 vaut

$$Z_0 = \frac{\rho u / S_t}{\sqrt{(1 + (\gamma - 1)F_h)(1 - F_v)}}, \quad (2.22)$$

et la constante de propagation Γ est égale à

$$\Gamma = i \frac{\omega}{u} \sqrt{\frac{1 + (\gamma - 1)F_h}{1 - F_v}}. \quad (2.23)$$

Les fonctions F_v et F_h sont définies par

$$F_v = \frac{2J_1(\kappa_v a_t)}{\kappa_v a_t J_0(\kappa_v a_t)}, \quad (2.24)$$

$$F_h = \frac{2J_1(\kappa_h a_t)}{\kappa_h a_t J_0(\kappa_h a_t)}, \quad (2.25)$$

$$(2.26)$$

où $J_m(\kappa_{v,h} a_t)$ sont les fonctions de Bessel cylindriques d'ordre m et les expressions des paramètres κ_v et κ_h sont

$$\kappa_v = \frac{(1 - i)}{\delta_v}, \quad (2.27)$$

$$\kappa_h = \frac{(1 - i)}{\delta_h}. \quad (2.28)$$

$$(2.29)$$

Pour illustrer cet effet, l'influence de la modification locale de β_p par la présence de tubes de rayon a_t valant 0,254 mm et 0,508 mm est donnée sur les figures 2.12 et 2.13, en

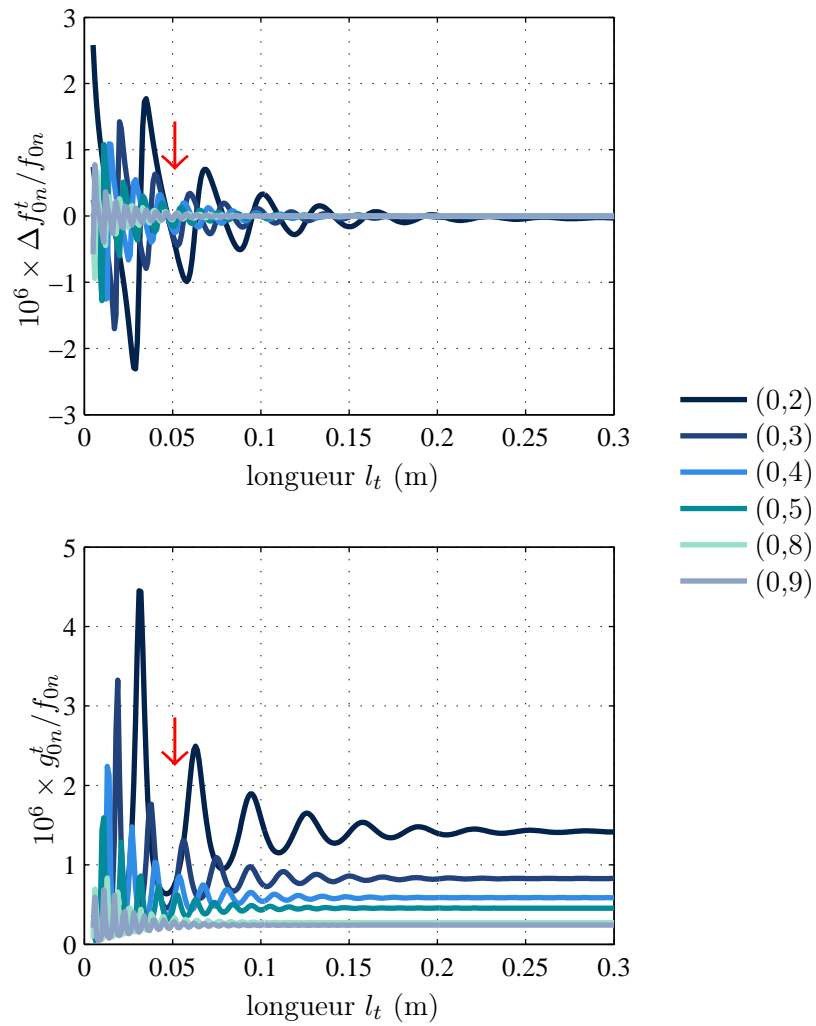


FIG. 2.12 – Effet des tubes en fonction de la longueur du tube ($a_t = 0,254$ mm) sur le décalage fréquentiel Δf_t et la largeur à mi-hauteur g_t à $P = 0,1$ MPa et $T = 273,16$ K

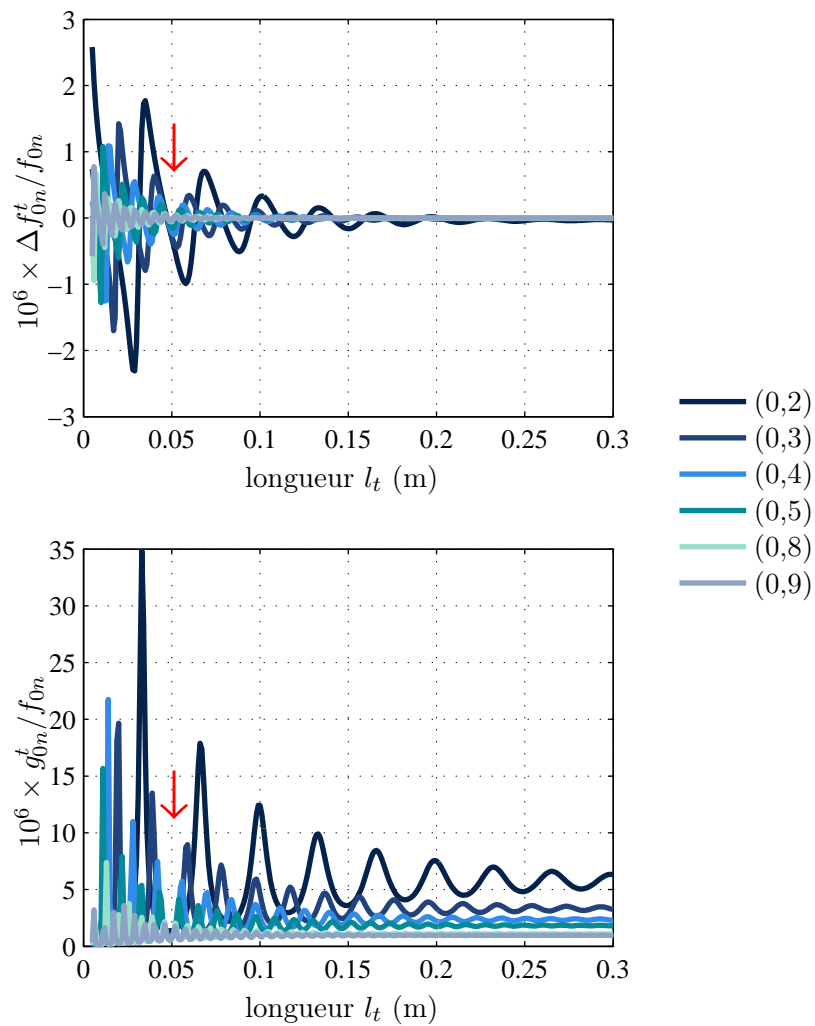


FIG. 2.13 – Effet des tubes en fonction de la longueur du tube ($a_t = 0,508$ mm) sur le décalage fréquentiel Δf_t et la largeur à mi-hauteur g_t à $P = 0,1$ MPa et $T = 273,16$ K

2.4. LES IMPERFECTIONS DE LA PAROI DU RÉSONATEUR

fonction de la longueur l_t pour une pression statique de $P = 0,1$ MPa et une température $T = 273,16$ K.

Les figures 2.12 et 2.13 montrent que des tubes de longueur ($l_t > 0,2$ m) permettraient de négliger leurs effets sur les mesures de u , pour chaque mode $\Delta f_{0n}^t \approx 0$. Par contre, les pertes énergétiques ne sont pas minimisées pour ces longueurs. Cependant, il est possible de trouver une longueur optimale qui permet de minimiser à la fois les effets de celui-ci sur la mesure de la fréquence de résonance et sur la largeur du pic.

Tout d'abord, concernant la longueur du tube, Ewing a montré qu'un tube de longueur équivalente au rayon du résonateur permettait de réduire son influence sur le champ acoustique [59] (voir les flèches rouge sur les figures 2.12 et 2.13 - la longueur des tubes a été choisie en fonction de cette propriété).

Ensuite, l'influence de ce tube sera plus importante en fonction de l'accroissement de son rayon a_t . Ainsi, pour un tube de longueur $l_t = a = 0,05$ m, cette différence peut être, suivant le mode de résonance, 4 fois supérieure sur Δf_{0n}^t et 2 fois supérieure sur g_{0n}^t si la valeur du rayon est doublée.

ii) Cas du tube double

Dans le cas du montage *tube double + sphère*, l'analogie donne un circuit électrique en T, schématisé en figure 2.14 [49]. L'impédance du tube double débouchant sur un volume

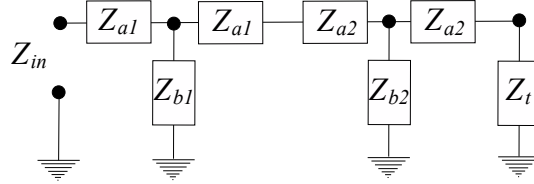


FIG. 2.14 – Circuit équivalent du montage *tube double + sphère*.

V et terminé par une impédance Z_t est alors donnée par

$$Z_{in} = Z_{a1} + \frac{Z_{b1} (Z_{a1} + Z_{a2} + [Z_{b2} (Z_{a2} + Z_t)]/[Z_{b2} + Z_{a2} + Z_t])}{Z_{b1} + Z_{a1} + Z_{a12} + [Z_{b2} (Z_{a2} + Z_t)]/[Z_{b2} + Z_{a2} + Z_t]} \quad (2.30)$$

où les termes Z_{a1} , Z_{b1} , Z_{a2} et Z_{b2} correspondent aux impédances caractéristiques des tubes de longueur l_{t1} et l_{t2} respectivement. Ces impédances caractéristiques sont obtenues en utilisant le même développement que celui du tube simple vu auparavant. Comme pour le cas du tube à section constante, le tube de longueur l_{t1} doit être également égal au rayon de la sphère pour minimiser son impact. Le second tube est, quant à lui, dimensionné en fonction des contraintes expérimentales (espace libre, longueur de disponible,...).

iii) Effet total des tubes présents en paroi du résonateur

Au final, pour obtenir la contribution due à la présence des tubes en paroi du résonateur, leurs effets sont sommés (le couplage qui peut exister n'est pas pris en compte dans cette étude, car étant négligeable [41]).

Pour la configuration de tube utilisée pour l'expérience, dont les dimensions sont données dans le tableau 2.3, les corrections du modèle acoustique liées à cette partie sont montrées sur la figure 2.15.

TAB. 2.3 – Dimensions des tubes de la configuration expérimentales

	Rayon (mm)	Longueur (m)
tube 1	0,508	6
tube 2	0,254	0,05
tube 3	0,371	0,05

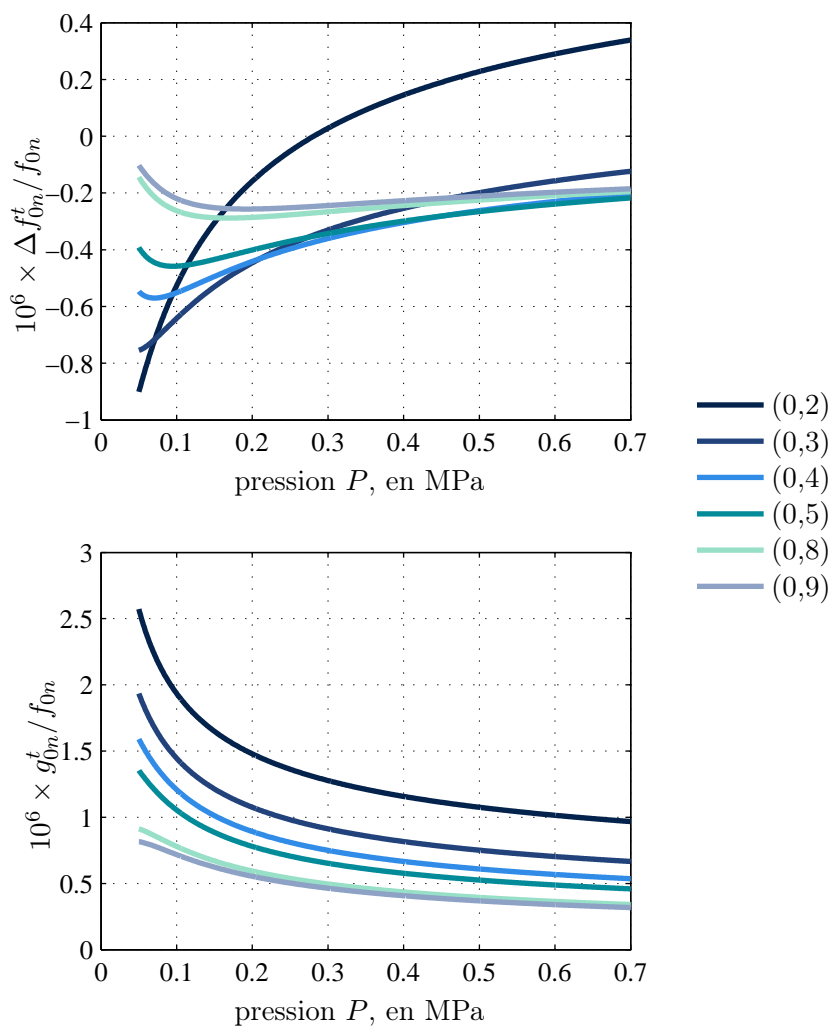


FIG. 2.15 – Corrections Δf_{0n}^t sur la fréquence f_{0n} et contribution g_{0n}^t sur la largeur à mi-hauteur du pic de résonance, dues à la présence des tubes en paroi du résonateur en fonction de la pression P et à la température $T = 273,16$ K

Une modélisation fine des effets engendrés par la présence de tubes en paroi du résonateur doit être effectuée. Comme le montre la figure 2.15, l'extrapolation à pression nulle pour chaque mode étudié ne tend pas vers une disparition de l'effet.

2.5 La forme ellipsoïdale du résonateur acoustique

La forme intérieure de la cavité utilisée diffère légèrement de celle d'une sphère parfaite. En effet, le rayon interne a n'est pas constant, et a été construit dans le but de suivre la forme de trois ellipsoïdes de dimensions différentes suivant les trois axes x , y et z . Cette forme géométrique est communément appelée ellipsoïde triaxial et a pour équation

$$\frac{x^2}{a^2(1+\epsilon_1)} + \frac{y^2}{a^2(1+\epsilon_2)} + \frac{z^2}{a^2} = 1 \quad (2.31)$$

où les coefficients ϵ_1 et ϵ_2 sont les excentricités de la sphère. Le but étant de générer de faibles déformations qui sont de l'ordre de $50 \mu\text{m}$ sur le rayon, pour l'expérience décrite dans cette étude. Ainsi, pour des excentricités $\epsilon_1 = 0,001$ et $\epsilon_2 = 0,0005$, les rayons suivant les axes x , y et z prennent les valeurs $a_x = 49,950 \text{ mm}$, $a_y = 49,975 \text{ mm}$ et $a_z = 50,000 \text{ mm}$ respectivement. Cette forme intérieure est illustrée en figure 2.16.

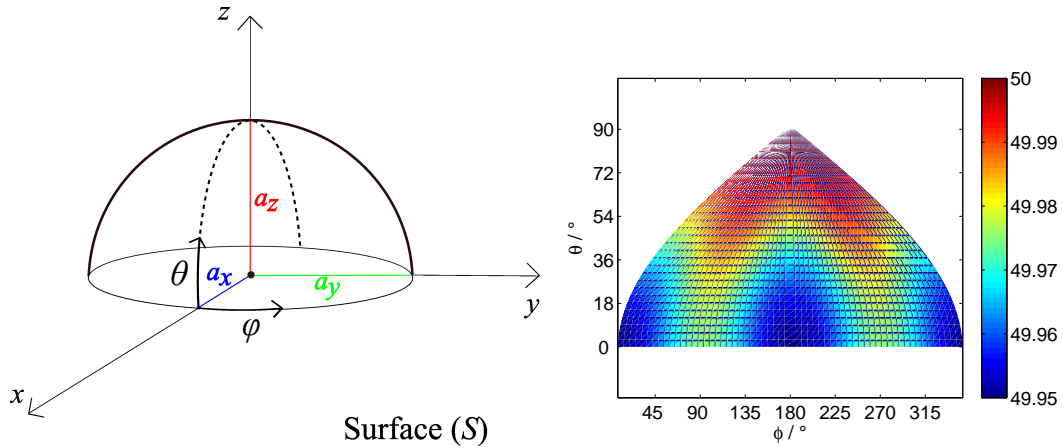


FIG. 2.16 – Projection cylindrique de la forme intérieure théorique de l'hémisphère nord du résonateur acoustique - à gauche, vue 3 D d'un des hémisphères du résonateur, à droite, cartographie du rayon interne en fonction des angles φ et θ

Le décalage fréquentiel lié à la non-sphéricité du volume intérieur du résonateur a été estimé par Mehl [60]. Le calcul de cette correction réalisé au 2nd ordre est donné par

$$\frac{\Delta f_{0n}^{et}}{f_{0n}} = \frac{4}{135} \nu_{0n}^2 (\epsilon_1^2 - \epsilon_1 \epsilon_2 + \epsilon_2^2) \quad (2.32)$$

Cette correction est constante suivant la pression P et la température T mais ne dépend que du mode de résonance et des excentricités. Le tableau 2.4 donne le décalage fréquentiel sur les modes de résonance $(0,n)$ d'étude.

2.5. LA FORME ELLIPSOÏDALE DU RÉSONATEUR ACOUSTIQUE

TAB. 2.4 – Décalage fréquentiel dû à la non-sphéricité du résonateur acoustique

Mode ($0n$)	$10^6 \times \Delta f_{0n}^{et} / f_{0n}$
2	0,449
3	1,326
4	2,642
5	4,397
8	12,293
9	15,802

2.6 Vibration de la coque du résonateur

Il existe une interaction entre la coque du résonateur et le fluide contenu en son intérieur. En effet, le fluide mis en mouvement par le transducteur acoustique va, sur une certaine gamme fréquentielle, transmettre suffisamment d'énergie à la paroi du résonateur pour la mettre elle-même en mouvement. Malgré la faible amplitude de ces vibrations, celle-ci est toute fois suffisamment élevée pour interagir avec le fluide et ne pas négliger ce couplage fluide-structure. L'amplitude des vibrations est maximale lorsque la cavité entre en résonance (ou en est proche) et que la fréquence acoustique émise est proche d'une des fréquences de résonance f_{coque} de la coque. Cet effet a tout d'abord été traité théoriquement, à la fois pour les modes radiaux et non-radiaux [61]. Le modèle théorique utilisé est celui régissant les déformations élastiques des matériaux isotropes.

Ce modèle prédit un décalage fréquentiel Δf_{0n}^{coque} pour les modes radiaux, égale à

$$\frac{\Delta f_{0n}^{coque}}{f_{0n}} = -\frac{\gamma}{3} \frac{\chi_{coque} P}{1 - (f_{0n}/f_{coque})^2} \quad (2.33)$$

où χ_{coque} est le coefficient de compressibilité de la coque pour un mode de structure de fréquence f_{coque} .

Dans le cas particulier du mode de résonance de coque qualifié de *mode de respiration*, les vibrations de la coque du résonateur sont fonction uniquement du rayon et le coefficient de compressibilité est alors défini de la manière suivante [30] à partir de [62]

$$\chi_{coque} = \frac{3\Delta a}{a} \frac{1}{\Delta P} \quad (2.34)$$

où Δa est la variation du rayon intérieur suite à une variation ΔP de la pression.

En connaissant certaines caractéristiques mécaniques du matériau composant la coque du résonateur, à savoir son module d'Young E , son module d'élasticité isostatique K ainsi que son coefficient de Poisson ν , et en supposant que le gaz contenu dans le résonateur est un gaz parfait ($\gamma = 5/3$), l'équation (2.33) devient [63]

$$\frac{\Delta f_{0n}^{coque}}{f_{0n}} \approx -\frac{\kappa P}{1 - (f_{0n}/f_{coque})^2} \quad (2.35)$$

avec

$$\kappa = \frac{5a}{6e\rho_{coque}u_{L,coque}^2} \quad (2.36)$$

où e est l'épaisseur de la coque du résonateur, et ρ_{coque} ainsi que $u_{L,coque}$ sont respectivement la densité et la célérité des ondes longitudinales de la structure.

La figure 2.17 présente la correction Δf_{0n}^{coque} pour une sphère de rayon intérieur $a = 0,05$ m ayant une coque en cuivre d'épaisseur $e = 10$ mm, lorsque celle-ci vibre à la fréquence du mode de respiration $f_{coque} = 16824$ Hz. Les propriétés du cuivre sont données dans le tableau 2.5 et le calcul de f_{coque} est obtenu à partir de [61].

2.6. VIBRATION DE LA COQUE DU RÉSONATEUR

TAB. 2.5 – Propriétés mesurées sur un échantillon du même cuivre électrolytique Cu-a1 utilisé pour la réalisation du résonateur [64]

ρ_{Cu} (kg.m ⁻³)	8916,1
$u_{L,Cu}$ (m.s ⁻¹)	4668,2
E_{Cu} (GPa)	127,46
K_{Cu} (GPa)	130,77
ν_{Cu}	0,338

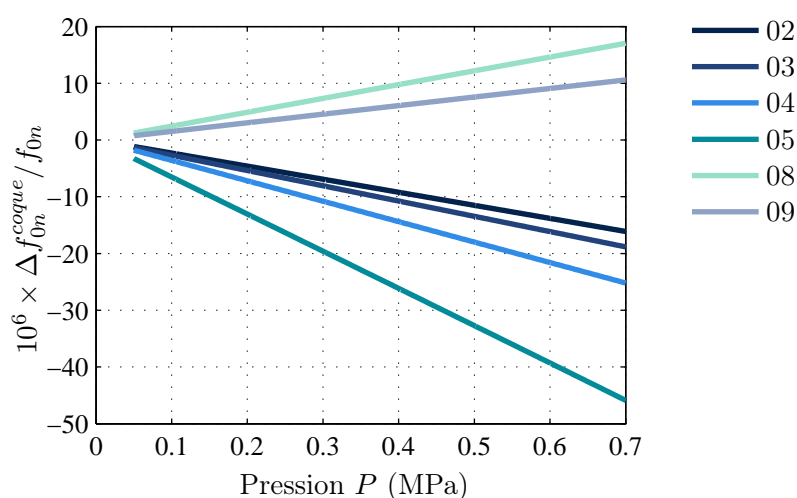


FIG. 2.17 – Décalage fréquentiel dû à la vibration de la coque du résonateur

Comme le montre la figure 2.17, cette correction est fortement dépendante de la fréquence du mode acoustique. Ainsi, plus la fréquence de résonance acoustique est proche de f_{coque} et plus l'interaction sera importante. Il s'agit notamment d'une des limites expérimentales dans ce projet. C'est pourquoi seul les modes pour lesquels $|f_{0n}/f_{coque} - 1| > 0,02$ sont retenus. En effet, la raison pour laquelle les modes radiaux 06 et 07 ne sont pas étudiés est liée à cette limite : à $P = 0,1$ MPa et $T = 273,16$ K, $f_{06} = 16876$ Hz et $f_{07} = 19963$ Hz².

Il est à noter que l'extrapolation à pression nulle de cet effet tend vers zéro, quel que soit le mode étudié.

²Le mode 05 est retenu car la valeur de f_{coque} est sous-estimée par [61]. En effet, le résonateur réel à une forme bien plus complexe, l'épaisseur de sa coque n'étant pas uniforme. Ainsi, même si, théoriquement le mode 05 ne répond pas à ce critère, expérimentalement sa perturbation a été jugée acceptable pour qu'il soit retenu dans les modes étudiés.

2.7 Conclusion

Le modèle acoustique final comprend six effets perturbateurs qui ont été développés dans ce chapitre. Le décalage fréquentiel final Δf_{0n} ainsi que la largeur à mi-hauteur g_{0n} des pics de résonance liée à la dissipation énergétique totale sont calculés par sommation des différentes contributions de chacun de ces effets, ce qui donne

$$\Delta f_{0n} = \Delta f_{0n}^p + \Delta f^{p'} + \Delta f_{0n}^{tr} + \Delta f_{0n}^t + \Delta f_{0n}^{coque} + \Delta f_{0n}^{et}, \quad (2.37)$$

$$g_{0n} = g_{0n}^p + g_{0n}^{vh} + g_{0n}^t. \quad (2.38)$$

Afin de connaître la contribution de chacun de ces effets sur les corrections totales, les figures 2.18 et 2.19 représentent leur apport au modèle acoustique final en pourcentage pour chaque mode.

L'application du modèle de correction est abordée dans la partie III, partie consacrée à l'analyse des données expérimentales.

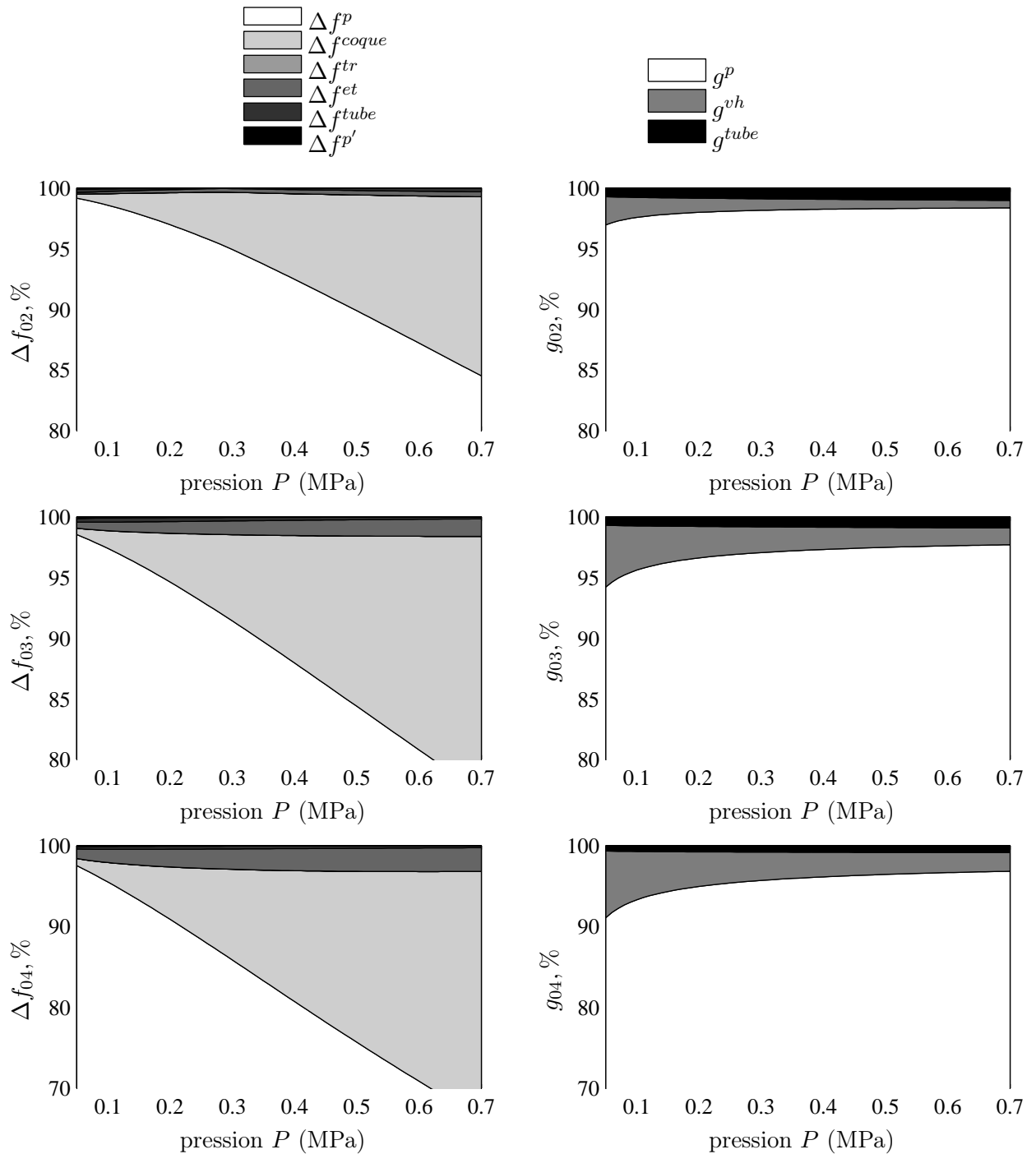


FIG. 2.18 – Contribution en % des effets perturbateurs sur le modèle acoustique final pour les modes (0,2), (0,3) et (0,4)

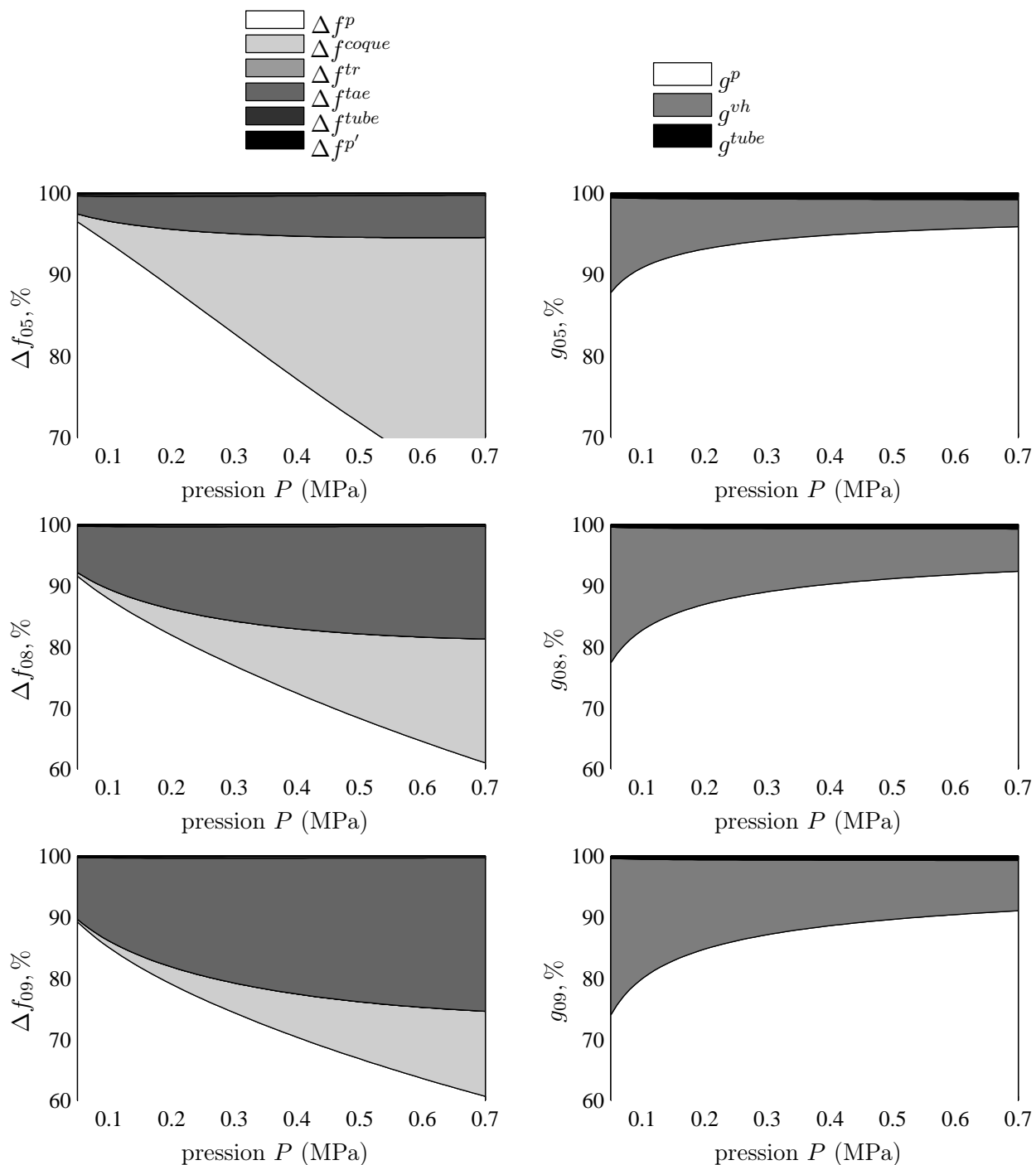


FIG. 2.19 – Contribution en % des effets perturbateurs sur le modèle acoustique final pour les modes (0,5), (0,8) et (0,9)

2.7. CONCLUSION

Deuxième partie

Mesure de la célérité des ondes acoustiques en milieu finement contrôlé

Lewis Ganson : “Ce tour est vraiment fantastique, Dai, mais je crois savoir pourquoi vous ne voulez pas que je le décrive dans notre livre. La méthode employée laisse certainement trop de part au hasard.

Dai Vernon : C’est bien là votre erreur, Lewis, la méthode est absolument sûre.

L.D. : Dans ce cas, vous voulez sans doute la garder secrète ?

D.V. : Non, ce n’est pas cela. Il y a que je suis parfaitement incapable de vous fournir même un début d’explication !

L.D. : Écoutez, Dai, soyons sérieux ; bien sûr que vous savez comment vous faites : il n’y a donc aucune raison pour que nous ne décrivions pas la méthode dans notre livre.

D.V. : Mais puisque je vous dis que l’entreprise est impossible ! J’ai toujours pensé à ce tour comme étant celui qui ne peut pas être expliqué, parce que, lorsque je décide de le présenter, je ne sais jamais à l’avance ce qui va se passer !

L.D. : Voyons, Dai, je vous ai vu le faire. Vous avez écrit une prédiction sur ce paquet de cigarettes, que vous avez ensuite posé sur la table. Al Koran a mélangé le jeu (et il s’en est donné à cœur joie !) et vous lui avez dit de retourner la carte du dessus : les hasards du mélange ont voulu que ce soit le six de cœur. Puis vous lui avez dit de regarder ce que vous aviez écrit sur le paquet de cigarettes, auquel vous n’aviez touché depuis le moment où vous y aviez écrit la prédiction. Al a lui-même lu à haute voix ce que vous y aviez écrit : “Le six de cœur”. Je n’en suis pas encore revenu !

D.V. : Eh bien, Lewis, c’est comme ça que les choses se sont passées ce soir, mais la prochaine fois, elles pourraient se passer de manière totalement différente. **J’avoue qu’une prédiction est faite chaque fois d’une façon ou d’une autre, avant le début du tour, et que la carte prédite se révèle toujours être la bonne... mais laissez-moi vous le refaire une ou deux fois, et vous comprendrez ce que je veux dire. Il s’agit d’être sur le qui-vive dès le départ - plus vous avez d’expérience en matière de cartomagie, et mieux cela vaut. Vous exécuterez le tour vous-même tout à l’heure, et vous pourrez constater qu’il n’y a rien de vraiment difficile à faire. L’important, c’est de réfléchir vite et bien afin d’exploiter au mieux les circonstances, et d’en tirer le maximum.**”

Discussion entre Dai Vernon, illustre prestidigitateur canadien surnommé “*The Professor*”, et Lewis Ganson, célèbre illusionniste et écrivain anglais.

Au sujet de *The Trick That Cannot Be Explained*,

Retranscrite en anglais par Lewis Ganson dans *Dai Vernon’s More Inner Secrets of Card Magic* et traduite en français par Richard Vollmer dans *The Very Best Of Dai Vernon*

Années 1950.

Chapitre 3

Le résonateur quasi sphérique BCU3.

3.1 Introduction

La conception du résonateur utilisé pour les mesures présentées dans cette étude est inspirée de la réalisation d'un premier prototype de cavité quasi sphérique développé au LCM/LNE-CNAM, 3 années auparavant, nommé BCU2v2 [65]. La figure 3.1 montre l'évolution de la forme extérieure du résonateur. Le volume intérieur de ces deux cavités est de 0,5 L, et leur coque est en cuivre, différenciant ainsi ces résonateurs d'autres préalablement utilisés ou en cours d'utilisation, qui sont plus volumineux et/ou réalisés avec d'autres matériaux :

- en acier inoxydable 316L¹ ($a = 89$ mm) [30] ;
- en alliage d'aluminium² ($a = 40$ mm) [59] ;
- en nimonic³ ($a = 40$ mm) [66] ;
- en acier inoxydable ($a = 60$ mm) [67] ;
- en cuivre ($a = 60$ mm) [68].

Tout d'abord, la conception et la réalisation du nouveau résonateur sont présentées. L'assemblage du résonateur est ensuite traité en présentant les techniques originales développées au LCM/LNE-CNAM. La troisième section est consacrée à la détermination de la forme et du volume intérieurs du résonateur.

¹Alliage composé à plus de 70% de fer, de 16 à 18% de chrome, 11 à 13% de nickel, d'environ 2% de molybdène et des traces de carbone (de l'ordre de 0.01%)

²Alliage composé (selon la norme EN573-1) à plus 97% d'aluminium, de 0.4 à 0.8 % de magnésium, de 0.3 à 0.6% de silicium, de 0.35% de fer, de 0,25 de cuivre, de 0.20% de chrome de 0.10% de zinc

³Le nimonic est un superalliage métallique généralement composé à plus de 50% de nickel, de 20% de chrome et complété de titane ainsi que d'aluminium

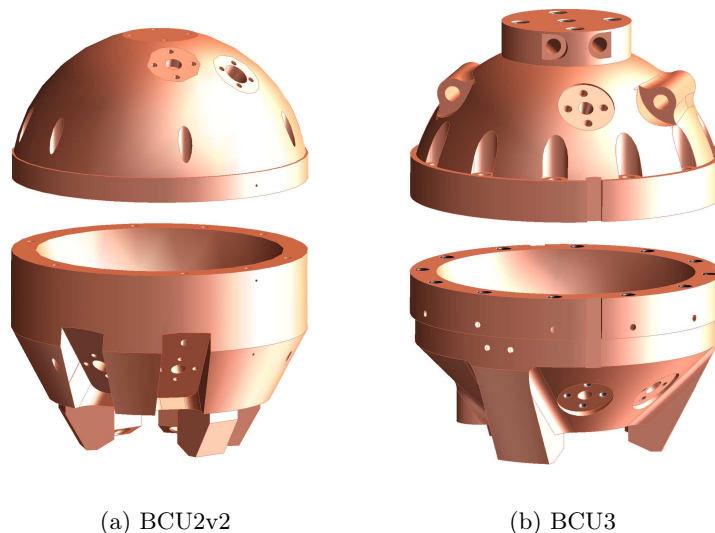


FIG. 3.1 – Dessins montrant l'évolution de la forme extérieure des résonateurs conçus au LCM/LNE-CNAM durant la période [2006-2009].

3.2 Conception et réalisation du résonateur acoustique.

Comme le montre la figure 3.2, les résonateurs sont constitués de deux parties. De par sa forme intérieure quasi sphérique et par analogie géographique à la sphéricité terrestre, la partie supérieure du résonateur est nommée hémisphère nord et la partie inférieure est nommée hémisphère sud. Le plan séparant les deux hémisphères est quant à lui appelé plan équatorial et la jonction séparant l'hémisphère nord de l'hémisphère sud, une fois le résonateur assemblé, est nommée équateur.

Ces deux éléments ont été également usinés dans du cuivre pour le prototype, nommé BCU3, utilisé pour cette étude. En effet, le cuivre est un excellent conducteur thermique, et cette propriété sera utile pour la phase expérimentale. De plus, le cuivre fait partie des métaux dont la conductivité électrique est bien connue. Cette propriété est nécessaire pour l'estimation de l'effet de peau présent lors de la détermination du rayon (voir section 3.4.2). Le cuivre qui a servi à la réalisation de ce résonateur est du cuivre électrolytique Cu-a1, conforme à la norme française *NF A 51-050*, équivalent à la norme ISO Cu-ETP (Electrolytic Tough-Pitch). Il s'agit d'un cuivre non désoxydé et dont sa composition est supérieure à 99,90 %, garantissant ainsi ses propriétés physiques. La concentration d'impuretés communément présentes dans ce type de cuivre est donnée dans le tableau 3.1, données provenant du Centre d'Informations du Cuivre, Laitons et Alliages (CICLA) ⁴.

L'expérience acquise lors de la fabrication de BCU2v2 a été utilisée pour concevoir ce nouveau résonateur, visible sur les figures 3.1b et 3.2. L'avancée notoire concerne sa production qui a permis d'élaborer un résonateur pouvant être qualifié de *parfait*, aussi bien

⁴CICLA, 17, rue Hamelin 75016 Paris - Tél. : 01 42 25 25 67

3.2. CONCEPTION ET RÉALISATION DU RÉSONATEUR ACOUSTIQUE.

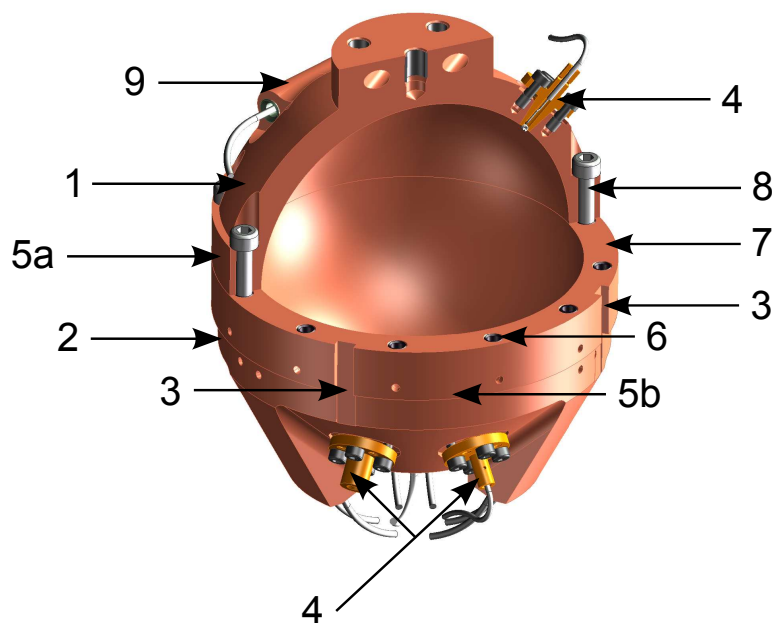


FIG. 3.2 – Coupe en 3 dimensions du résonateur BCU3 (1) hémisphère nord, (2) hémisphère sud, (3) encoches servant de repères pour l'alignement angulaire des hémisphères, (4) bouchons de cuivre, (5a et 5b) bagues extérieures nord et sud servant de repères pour l'alignement vertical des hémisphères, (6) trou taraudé équipé d'Heli-Coil ®, (7) plan équatorial, (8) vis de fixation (type M5) et (9) logement cylindrique pour thermomètre.

TAB. 3.1 – Concentration des impuretés présentes dans le cuivre Cu-a1.

Éléments	Concentration (en ppm)
O ₂	200 à 400
Ag	5 à 20
S, Fe, Ni	5 à 15
As, Se, Sn, Pb	1 à 5
Te, Au, Bi	< 1

3.2. CONCEPTION ET RÉALISATION DU RÉSONATEUR ACOUSTIQUE.

au niveau de sa forme intérieure proche de la forme théorique (traité dans la section 3.3.3) mais aussi au niveau de son état de surface interne qui est faiblement rugueux.

Deux étapes ont été nécessaires pour obtenir ces améliorations. Tout d'abord, une ébauche de la sphère a été réalisée par usinage classique (tournage mécanique) afin de lui donner une forme proche de sa forme définitive. Ensuite, un polissage de sa forme intérieure, du plan équatorial et de la bague externe équatoriale a été réalisé en utilisant un tour équipé d'un outil composé d'une pointe en diamant (naturel ou synthétique) par la société SAVIMEX⁵. Ce procédé sera d'ailleurs repris par la suite par d'autres équipes lors de la fabrication de leur résonateur (NPL [69] et INRiM).

La rugosité typique pour ce genre de surface est donnée pour $R_a = 0,02 \mu\text{m}$, où R_a est défini comme étant la moyenne arithmétique des différences entre une surface parfaitement plane et les écarts normaux à celle-ci. L'état de surface de la paroi interne est un paramètre à ne pas négliger car il entre en compte dans l'équilibre thermique entre le gaz contenu dans le résonateur et sa coque. De plus, une surface rugueuse peut également être un piège à particules différentes de celle du gaz d'étude. Ces particules peuvent être libérées par un dégazage non constant et donc venir polluer le milieu d'étude. À titre d'information, la dernière étape de fabrication du précédent résonateur avait été réalisée par un polissage manuel : la rugosité estimée après ce genre de traitement de surface est de $R_a = 0,4 \mu\text{m}$.

Avant assemblage, un contrôle des dimensions intérieures et extérieures est réalisé à l'aide de mesures de coordonnées tri-dimensionnelles (en anglais : Coordinate Measuring Machine, CMM). Cette étape nous permet alors de contrôler les dimensions internes et externes du résonateur pour :

- valider sa conformité à la forme intérieure théorique demandée (pour le rayon ainsi que les excentricités suivant les axes x , y et z);
- contrôler la régularité du rayon du cylindre extérieur (nécessaire pour l'assemblage du résonateur).

Enfin, ces mesures sont également nécessaires pour évaluer le volume intérieur du résonateur [70, 24]. Cette donnée est utilisée conjointement avec d'autres mesures du dimensionnement interne de la cavité à l'aide d'une méthode par résonances électromagnétiques (voir section 3.4) [71]. En effet, il est nécessaire de connaître précisément la valeur du rayon moyen de la cavité car cette donnée ainsi que son incertitude associée rentrent en compte directement pour la détermination de la vitesse du son u (équation 1.30).

Pour finir cette présentation générale, six bouchons de forme conique et usinés dans le même cuivre sont positionnés dans des ouvertures prévues à cet effet, comme le montre la figure 3.2. Ces bouchons sont nécessaires pour :

- fixer les deux transducteurs acoustiques en paroi du résonateur (présentés dans la section 4.6.1);
- fixer les deux antennes micro-ondes (présentées dans la section 4.7);

⁵SAVIMEX, Parc d'activité des Bois de Grasse, 1 avenue Louison Bobet, BP 85262 - 06131 Grasse cedex - Tél. : 04 93 70 41 31

3.2. CONCEPTION ET RÉALISATION DU RÉSONATEUR ACOUSTIQUE.

– maintenir les tubes de débit de gaz (présentés dans la section 4.5).
Leur forme conique diffère de celle des bouchons similaires utilisés lors de précédentes expériences. Les résonateurs acoustiques dessinés dans les années 1980-2000 avaient des bouchons de forme cylindrique [30, 66, 72]. Ce changement a été réalisé car la forme cylindrique ne permet pas de minimiser les possibles fuites entre le bouchon et son volume de positionnement. De plus, pour maximiser l'étanchéité, les cônes ont été usinés de telle sorte que leur forme s'adapte au mieux à l'ouverture où ils seront logés. La figure 3.3 présente cette évolution.

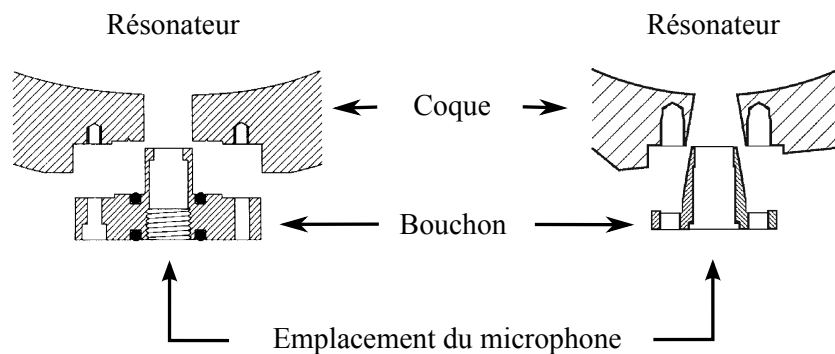


FIG. 3.3 – Comparaison entre la forme des bouchons permettant d'équiper le résonateur de microphone, entre ceux utilisés dans les années 1980 [30] (à gauche) et ceux utilisés depuis 2006 au LCM/LNE-CNAM (à droite)

3.3 Assemblage du résonateur.

L'assemblage des deux hémisphères est une étape importante car à la fermeture du résonateur, la paroi au niveau de l'équateur doit être continue. Le maintien entre les deux hémisphères est obtenu en utilisant 12 vis disposées au niveau du plan équatorial, comme le montre la figure 3.2 (couple de serrage de $50 \text{ cN} \cdot \text{m}$). Un mauvais alignement entre l'hémisphère nord et l'hémisphère sud conduirait à des effets perturbateurs, sur les mesures acoustiques notamment, qui sont difficilement modélisables [67].

Pour s'assurer que l'alignement soit correctement effectué, deux méthodes ont été utilisées. Ces deux techniques originales développées au LCM/LNE-CNAM sont présentées dans les deux sections suivantes. Une troisième section est consacrée au contrôle de l'assemblage.

3.3.1 Assemblage à l'aide du plan de travail d'alignement.

La première méthode consiste à utiliser un plan de travail horizontal sur lequel sont positionnés deux cylindres verticaux formant un angle droit avec celui-ci. Chacun des éléments constituant cette table d'alignement est usiné afin d'obtenir un état de surface faiblement rugueux. La figure 3.4 montre le principe de cette méthode.

L'hémisphère sud est alors positionné sur le plan de travail en mettant en butée des deux cylindres sa bague extérieure. L'hémisphère nord est également mis en butée des deux cylindres comme pour l'hémisphère sud, mais en étant suspendu au dessus de ce dernier.

Les deux plans équatoriaux sont alors considérés parallèles l'un par rapport à l'autre. L'hémisphère nord est alors descendu, jusqu'à l'établissement d'un contact entre les plans équatoriaux des deux hémisphères. L'alignement angulaire est fait au préalable en positionnant des quilles dans les trois encoches prévues à cet effet. Le contrôle de l'alignement vertical

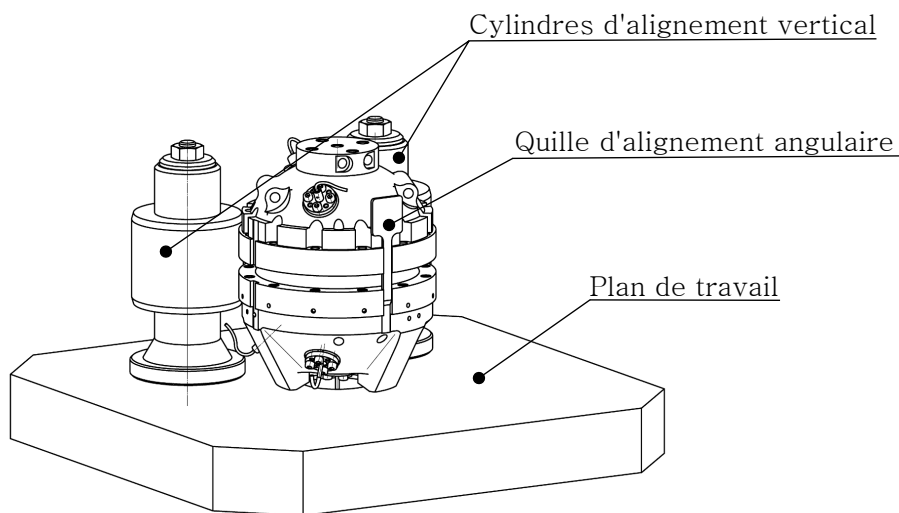


FIG. 3.4 – Dessin en perspective représentant le montage permettant d'assembler les hémisphères à l'aide d'une table plane.

entre les hémisphères nord et sud est réalisé en s'assurant de la continuité du cylindre au

3.3. ASSEMBLAGE DU RÉSONATEUR.

niveau des bagues extérieures. Cette étape est effectuée visuellement, en plongeant la salle dans l'obscurité et en observant à l'aide d'une source lumineuse si un flux de lumière passe à travers la jonction *bague extérieure du résonateur - cylindre de la table d'alignement*, tout en tournant le résonateur. Ensuite, l'alignement intérieur est contrôlé expérimentalement (voir section 3.3.3).

3.3.2 Assemblage à l'aide de la bague d'alignement

La seconde méthode utilise les propriétés de dilatation thermique des matériaux pour aligner les deux hémisphères. Pour se faire, une bague de rayon intérieur $a_{bague} = 0,06$ m a été réalisée dans du polyéthylène téréphthalate ERTALYTE ®, communément désigné par les initiales PET. Pour des températures allant de 20 °C à 80 °C, le coefficient de dilatation thermique de ce type de PET est donné pour $\alpha_{PET} \approx 60 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, alors que pour le cuivre, celui-ci est de $\alpha_{cuivre} \approx 17 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. L'alignement est réalisé en 3 étapes. Tout d'abord, la bague d'ERTALYTE ® est positionnée autour de l'hémisphère sud dans une salle à température ambiante de 16 °C. La température de la salle est ensuite diminuée jusqu'à ce que la bague soit entièrement en contact avec la surface du cylindre extérieur de l'hémisphère sud.

Ensuite, la température de la salle est augmentée jusqu'à 16 °C afin d'insérer l'hémisphère nord dans la bague.

Une fois les plans équatoriaux en contact, l'alignement vertical des deux hémisphères est réalisé en diminuant la température de la salle jusqu'à 12 °C. La bague va alors se contracter autour des hémisphères du résonateur, comme le montre la figure 3.5.

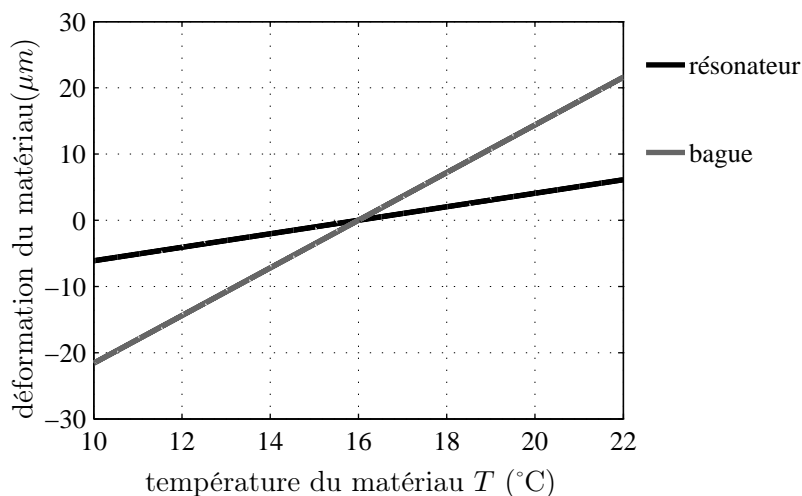


FIG. 3.5 – Déformation du rayon extérieur du résonateur ainsi que du rayon intérieur la bague en PET, liée à la variation de température

En supposant que la bague se contracte de manière homogène, celle-ci va ainsi aligner correctement les deux hémisphères l'un par rapport à l'autre verticalement : l'extérieur des hémisphères présentant une forme parfaitement cylindrique. L'alignement angulaire est comme précédemment réalisé à l'aide de quilles positionnées dans les encoches. La figure 3.6 montre le principe de la méthode.

3.3. ASSEMBLAGE DU RÉSONATEUR.

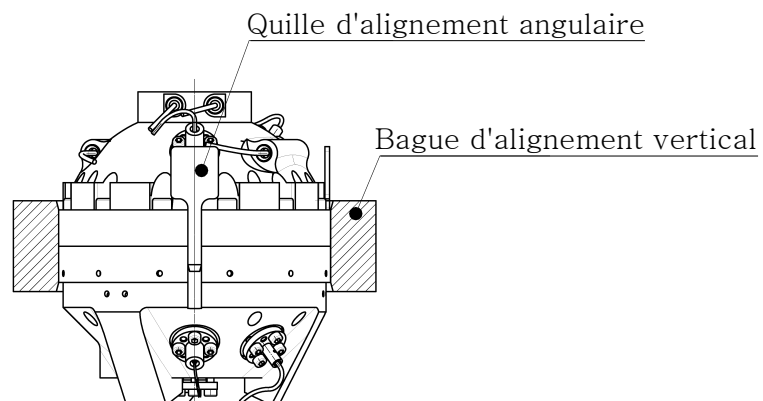


FIG. 3.6 – Dessin représentant le montage permettant d'assembler les hémisphères à l'aide d'une bague en ERTALYTE ®

3.3.3 Contrôle de l'alignement interne des hémisphères

Le contrôle de l'alignement interne des hémisphères est réalisé en utilisant les modes de résonance électromagnétique du volume. En effet, comme pour l'acoustique, la quasi sphère peut être le siège de résonances électromagnétiques. Une brève explication permettant la compréhension du principe expérimental est présentée ici et sera complétée dans la section 3.4. Dans le cas d'une cavité sphérique parfaite, les fréquences de résonance électromagnétique f_{ln}^σ sont données par

$$f_{ln}^\sigma = \frac{c\xi_{ln}^\sigma}{2\pi a} = \left(\frac{c_0}{n_{milieu}} \right) \frac{\xi_{ln}^\sigma}{2\pi a}, \quad (3.1)$$

où c et c_0 sont respectivement la vitesse de la lumière dans le milieu de propagation et celle dans le vide, où l'indice n_{milieu} est l'indice de réfraction du milieu et ξ_{ln}^σ est la valeur propre du mode de résonance (l,n) avec l'indice σ renseignant sur le type de mode de résonance. Ainsi, les modes transverses électriques sont identifiés par l'indice TE, et les modes transverses magnétiques par l'indice TM. Les valeurs de ξ_{ln}^σ sont calculées à l'aide de la méthode décrite dans [49], basée sur la connaissance des racines des dérivées premières des fonctions de Bessel sphériques d'ordre l . Pour rappel, la forme théorique de la quasi sphère est définie de la manière suivante

$$\frac{x^2}{a^2(1+\epsilon_1)} + \frac{y^2}{a^2(1+\epsilon_2)} + \frac{z^2}{a^2} = 1 \quad (3.2)$$

où les coefficients ϵ_1 et ϵ_2 sont les excentricités de la sphère. Pour des excentricités $\epsilon_1 = 0,001$ et $\epsilon_2 = 0,0005$, les rayons suivant les axes x , y et z prennent les valeurs $a_x = 49,950$ mm, $a_y = 49,975$ mm et $a = a_z = 50,000$ mm respectivement ⁶.

Des différences de dimensionnement suivant les axes x , y et z sont visibles par les ondes électromagnétiques. Aux résonances électromagnétiques, cela fait apparaître alors un triplet de fréquence provenant de la dégénérescence modale liée aux excentricités du résonateur, comme le montre la figure 3.7. Il est possible de calculer un terme correcteur pour prendre en compte cette dégénérescence du pic de l'unique fréquence de résonance de l'équation (3.1).

Mehl estime le décalage fréquentiel permettant de faire le lien entre les écarts des pics de résonances Δf de la figure 3.7 et les valeurs des ϵ_1 et ϵ_2 de l'équation (3.2) [49]. Ainsi, au premier ordre, les écarts entre les fréquences du triplet sont donnés par

$$\frac{\Delta f_{ln}^\sigma}{f_{ln}^\sigma} = \frac{2}{15} D_{ln}^\sigma \begin{cases} (-\epsilon_1 + 2\epsilon_2), \text{ suivant } x, \\ (-\epsilon_1 - \epsilon_2), \text{ suivant } y, \\ (2\epsilon_1 - \epsilon_2), \text{ suivant } z, \end{cases} \quad (3.3)$$

avec

$$D_{ln}^{\text{TE}} = \frac{1}{2} \text{ et } D_{ln}^{\text{TM}} = \frac{1}{2} + \frac{3}{(\xi_{ln}^{\text{TM}})^2 - 2}. \quad (3.4)$$

⁶pour des valeurs de ϵ_1 et ϵ_2 nulles, la formule de la sphère parfaite est retrouvée.

3.3. ASSEMBLAGE DU RÉSONATEUR.

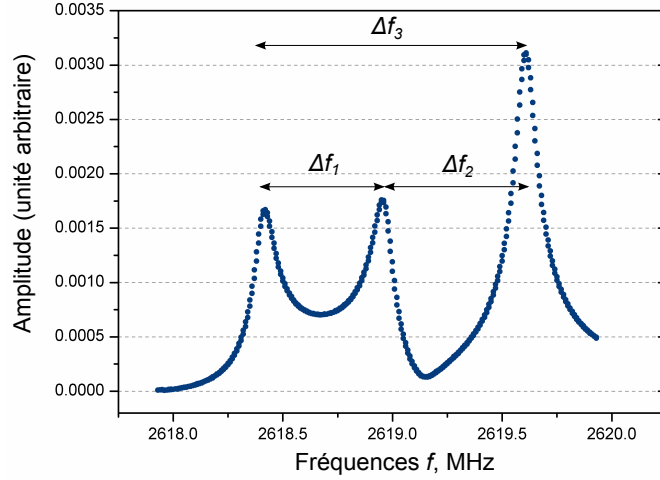


FIG. 3.7 – Réponse en fréquence mesurée autour du mode de résonance électromagnétique TM11, à $T=16^{\circ}\text{C}$ et à une pression atmosphérique, dans la quasi sphère BCU3

Pour cet effet, l'équation (3.3) est l'équivalent pour les ondes électromagnétiques de l'équation (2.32) présentée pour les ondes acoustiques.

Le tableau 3.2 donne les valeurs des excentricités ϵ_1 et ϵ_2 , mesurées pour le mode de résonance magnétique $\text{TM}(l = 1, n = 1)$, après deux assemblages des hémisphères réalisés avec les deux méthodes décrites précédemment.

TAB. 3.2 – Valeur des coefficients ϵ_1 et ϵ_2 obtenus après deux méthodes d'assemblage des hémisphères

Méthode d'assemblage	$\epsilon_1 \times 10^3$	$\epsilon_2 \times 10^3$
Table d'alignement	1,103	0,503
Bague en ERTALYTE [®]	1,103	0,505

Ces deux méthodes d'alignements ont permis d'obtenir une répétabilité des mesures des excentricités ϵ_1 et ϵ_2 engendrant un écart inférieur à $0,1 \mu\text{m}$ sur les déformations du rayon suivant les axes x , y et z .

Cette comparaison de méthode permet ainsi de valider l'assemblage du résonateur, alignant les hémisphères nord et sud sans décalage, dans l'ordre de grandeur exigé.

3.4 Mesure du volume du résonateur.

La connaissance du volume est l'étape préalable à la détermination d'un rayon équivalent a_{eq} d'une sphère parfaite, nécessaire au calcul de la célérité des ondes acoustiques. À ce jour, trois méthodes⁷ permettent de déterminer le volume des résonateurs quasi sphériques en cours d'utilisation :

- par pycnométrie ;
- par spectroscopie de résonance électromagnétique ;
- par cartographie de la paroi interne à l'aide de mesure tridimensionnelle.

3.4.1 Détermination du volume par pycnométrie

Bien que cette technique n'ait pas été retenue au LCM/LNE-CNAM pour déterminer le volume des résonateurs⁸, cette section est consacrée à sa présentation. L'intérêt d'utiliser la pycnométrie à cette fin est de pouvoir comparer le résultat obtenu avec ceux des deux techniques présentées par la suite.

Pour cette expérience, cette méthode consiste à remplir le résonateur d'un fluide homogène dont la densité est connue, et de comparer le résultat de la pesée à vide à celle effectuée lorsque le résonateur est rempli.

À ce jour et dans le cas de résonateurs de forme sphérique, deux substances ont été utilisées : le mercure [30] ainsi que l'eau déionisée, distillée et désoxygénée [73, 68]. Underwood *et al.* décrit le principe mis en œuvre au NPL pour déterminer le volume de la quasi sphère *NPL-C1* de rayon interne $a_{\text{NPLC1}} \approx 62$ mm (le volume intérieur est alors d'environ 1 L) [68]. Les relations nécessaires sont les suivantes

$$\text{Volume} = \frac{m_{\text{H}_2\text{O}}}{\rho_{\text{H}_2\text{O}}} \text{ et } a_{\text{eq}} = \sqrt[3]{\frac{3}{4\pi} \text{Volume}}, \quad (3.5)$$

où $m_{\text{H}_2\text{O}}$ est la masse d'eau traitée contenue dans le résonateur et $\rho_{\text{H}_2\text{O}}$ sa densité à la température et pression ambiante lors de l'expérience. Tour à tour, le résonateur est pesé avec et sans l'eau traitée en utilisant un comparateur de masse sous air ambiant, et à température contrôlée (la densité étant fonction de la température), comme le montre la figure 3.8.

Sur une période d'une centaine de jours, le résonateur a été rempli puis vidé sept fois. Une pesée à *vide* a été réalisée avant chaque remplissage ainsi qu'après chaque vidage du résonateur. Sur ce cycle de mesure, une estimation du volume interne a pu être réalisée avec une incertitude de $\pm 0,48$ mm³ correspondant à une incertitude de $\pm 9,9$ nm sur la valeur du rayon équivalent de la quasi sphère. À cela s'ajoutant l'incertitude liée à la connaissance de la densité de l'eau traitée, estimée pour ces travaux à 2×10^{-6} (en relatif) [74], ainsi qu'aux

⁷Une quatrième méthode, par spectroscopie de résonance acoustique peut également être utilisée. Cependant, il est nécessaire de connaître la vitesse du son dans le volume contenu dans la cavité ; donnée qui est l'objet de mesure de l'expérience décrite dans cette étude.

⁸En effet, la mise en pratique de la pycnométrie requiert certaines précautions, qui, si elles ne sont pas prises, peuvent endommager le résonateur (réactions chimiques entre la paroi et la substance) et/ou polluer le gaz lors des isothermes (adsorption lors de la pycnométrie puis désorption de la substance par la paroi du résonateur).

3.4. MESURE DU VOLUME DU RÉSONATEUR.



FIG. 3.8 – Photographie montrant la pesée sur un comparateur de masse *Mettler Toledo AX64*. La sphère montrée est celle de l'équipe de la division thermodynamique de l'INRiM.

corrections et au contrôle de la température, l'incertitude totale sur la détermination du rayon équivalent de *NPLC1* par pycnométrie est de $U(a_{\text{eq,NPL-C1}}) \approx 21,4$ nm.

L'expérience similaire réalisée au NIST dans les années 80 [30] diffère sur quelques points dans le protocole de mesure.

D'une part, la substance utilisée était du mercure standardisé [75]. La température pour laquelle le volume a été mesuré était proche de $0,01^\circ\text{C}$, qui était la température d'étude. L'intérêt d'utiliser le mercure vient du fait qu'à la température d'étude, le mercure est sous forme liquide et sa masse volumique était connue avec une incertitude relative de 1 ppm. D'autre part, le volume intérieur étant d'environ 3 L, ce n'est pas le résonateur rempli de mercure qui a été pesé (≈ 60 kg) mais le volume qui contenait le mercure. Ainsi, le volume du résonateur a été déterminé en quantifiant la différence entre les masses du volume de stockage de mercure plein et celui diminué. Pour des résonateurs faits en cuivre, il n'est pas possible d'utiliser cette substance ; le mercure au contact du cuivre entraînant une corrosion de ce dernier.

Trois mesures de volume ont été effectuées entre les mois de septembre 1985 et d'avril 1986. Au final, le volume de ce résonateur a été estimé à $2943,1524$ cm³ avec une incertitude relative de $1,22 \times 10^{-6}$ [30].

3.4.2 Détermination du volume par spectroscopie de résonance électromagnétique

Approfondie au cours de la dernière décennie, la méthode de mesure du volume d'une cavité sphérique par spectroscopie de résonance électromagnétique a connue de fortes avancées, aussi bien du point de vue expérimental que théorique. À l'origine, ce type d'ondes pouvaient être utilisées dans le but de déterminer l'expansion thermique du volume intérieur des résonateurs sphériques [76]. Par la suite cette technique a été appliquée à la mesure du volume des cavités sphériques [77]. Bien qu'elle ait été connue à l'époque de l'expérience de l'équipe de Moldover dans les années 80, cette technique ne fût pas retenue pour déterminer le volume du résonateur utilisé au NIST ; leur choix s'étant porté sur la pycnométrie ⁹.

En 1986, Mehl et Moldover prouvaient théoriquement que la moyenne des fréquences propres, au premier ordre des perturbations, d'un multiplet était indépendante du volume, au regard des déformations [77]. Ils ont alors suggéré que le volume d'un résonateur de forme sphérique pouvait être déterminé à partir de sa réponse en fréquence dans le domaine des ondes électromagnétiques.

Depuis, d'importants travaux, en collaboration avec le LCM/LNE-CNAM [60, 78, 79, 80], ont permis de positionner cette méthode parmi celles offrant les meilleurs précisions sur la détermination des volumes de résonateur de forme sphérique.

Le rayon équivalent a_{eq} est alors déterminé en mesurant les triplets fréquentiels de résonances électromagnétiques f_{ln}^σ et en calculant leur valeur propre ξ_{ln}^σ , définis à l'équation 3.1. De plus, les largeurs à mi-hauteur des pics de résonances, g_{ln}^σ sont estimées.

Ainsi, le rayon équivalent a_{eq} de BCU3 a été déterminé en mesurant les fréquences et les largeurs à mi-hauteur des pics de modes de résonance électromagnétique et en corrigeant ces mesures de trois effets :

- l'effet de peau, correspondant à la pénétration des ondes électromagnétiques dans la coque du résonateur ;
- la perturbation engendrée par la présence des tubes d'arrivée et de sortie de gaz ainsi que la présence des antennes, au niveau de la paroi du résonateur [80] ;
- la forme du résonateur, qui n'étant pas parfaitement sphérique doit être corrigée [78, 79].

Le rayon a_{eq} est calculé de la manière suivante

$$a_{\text{eq}} = \sqrt[3]{a_x a_y a_z} \quad (3.6)$$

où a_x , a_y et a_z sont respectivement les rayons suivant les axes x , y et z .

Au LCM/LNE-CNAM, neuf modes électromagnétiques ont été étudiés [32].

Un exemple des résultats de mesure du rayon équivalent a_{eq} ainsi que des coefficients ϵ_1 et ϵ_2 obtenus pour chacun des modes électromagnétiques choisis est présenté dans le tableau 3.3.

⁹La détermination du volume à l'aide de cette technique nécessite une bonne connaissance de l'effet de peau dans la coque du résonateur. Or, pour le matériau de ce résonateur, cette donnée n'est pas suffisamment connue.

3.4. MESURE DU VOLUME DU RÉSONATEUR.

TAB. 3.3 – Rayon équivalent obtenu par spectroscopie électromagnétique

modes	fréquences (MHz)	a_{eq} (μm)	$u(a_{eq})$ (nm)	$\epsilon_1 \times 10^4$	$\epsilon_2 \times 10^4$
TM11	2 619,332 654	49 958,484 5	2,3	1,077	0,506
TM12	5 839,489 169	49 958,479 39	2,2	1,079	0,506
TM13	8 894,290 939	49 958,475 88	6,6	1,079	0,506
TM14	11 919,946 23	49 958,476 75	5,1	1,078	0,507
TM15	14 934,746 37	49 958,475 79	8,0	1,077	0,505
TE11	4 289,721 942	49 958,476 6	2,7	1,078	0,506
TE12	7 375,063 569	49 958,479 41	4,5	1,078	0,506
TE13	10 409,834 7	49 958,476 75	7,4	1,079	0,505
TE14	13 428,568 8	49 958,478 61	4,7	1,080	0,506

La figure 3.9 montre les valeurs de a_{eq} mesurées pour une pression statique de $P = 0,1$ MPa et à une température de $T = 273,16$ K.

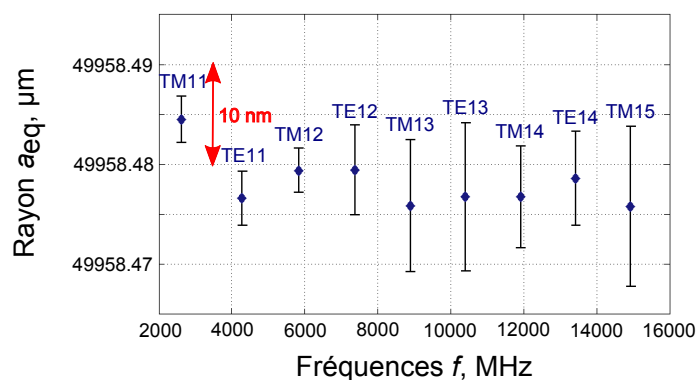


FIG. 3.9 – Valeurs du rayon a_{eq} obtenues pour les neuf modes électromagnétiques étudiés, $P = 0,1$ MPa et $T = 273,16$ K

Par cette méthode, le rayon équivalent de BCU3 a été estimé à $a_{eq}^{EM} = 49975,095(014) \mu\text{m}$, soit avec une incertitude relative de $0,55 \times 10^{-6}$.

3.4.3 Détermination du volume par coordonnées tridimensionnelles

Comme précisé dans la section 3.2, le premier intérêt de cartographier les hémisphères du résonateur est de contrôler ses dimensions après usinage. Cette étape a été réalisée à l'aide de la machine à mesures tridimensionnelles UPMC 550 de chez Carl Zeiss ¹⁰. Ces mesures ont été effectuées au NPL, dans l'équipe *Mesures Dimensionnelles*. Le protocole expérimental est décrit en détail dans [73].

Les dimensions des hémisphères ont été caractérisées dans une salle climatisée. La température ambiante était de 20°C, et celle-ci avait une dérive inférieure à 0,1°C par jour. Les hémisphères ont préalablement séjourné dans la salle de mesure une dizaine de jours auparavant afin d'être thermalisés lors des mesures. La figure 3.10 présente l'hémisphère nord de BCU3 ainsi que la sphère de silicium, utilisées comme référence spatiale, positionnées sur le plan de mesure en marbre.

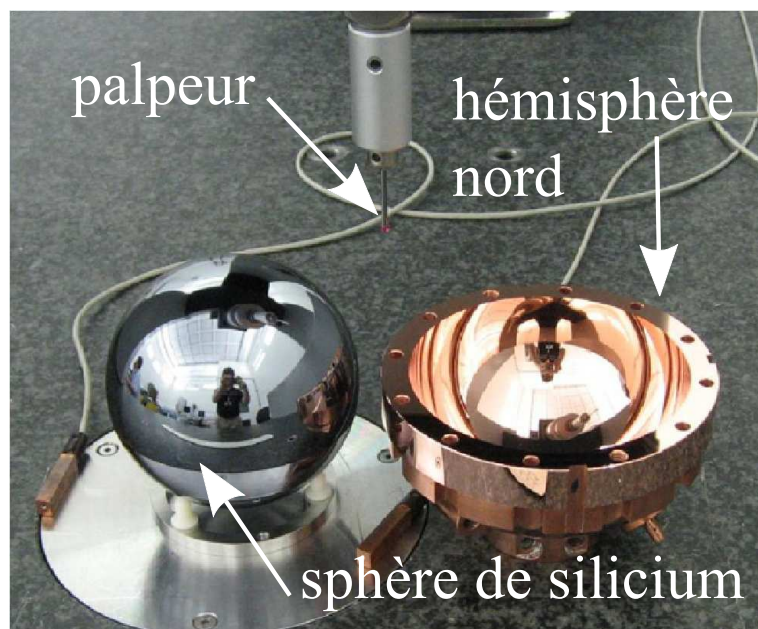


FIG. 3.10 – Photographie de l'hémisphère nord de BCU3 positionnée sur le marbre de la machine UPMC 550 CMM

Pour chacun des hémisphères, 20 coupes longitudinales composées de 41 points ont été réalisées. Une dizaine d'heure par hémisphère a été nécessaire pour réaliser les mesures. La figure 3.11 montre une analyse sous forme de cartographie de la forme intérieure de BCU3.

Les écarts absolus observés entre la forme théorique de BCU3 et sa forme finale sont au maximum de 3 μm sur le rayon ($a = 0,05 \text{ m}$) ; écarts qui n'ont pas de conséquences car la forme finale garde un profil continu, donc facilement paramétrable [73].

Le volume contenu dans le résonateur quasi sphérique est ensuite déterminé en suivant la

¹⁰www.zeiss.fr

3.4. MESURE DU VOLUME DU RÉSONATEUR.

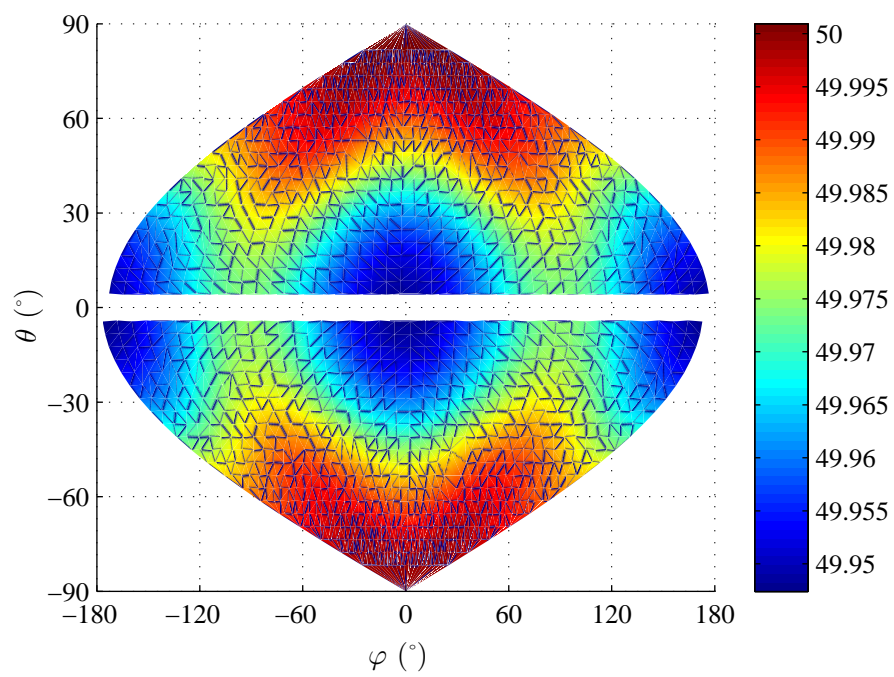


FIG. 3.11 – Projection de Winkel-Tripel de la forme intérieure de BCU3 à partir des mesures des coordonnées tridimensionnelles.

3.4. MESURE DU VOLUME DU RÉSONATEUR.

procédure décrite dans [73], à savoir, par décomposition à l'aide d'harmoniques sphériques du volume mesuré. La surface interne du résonateur est alors définie de la manière suivante en coordonnées sphériques

$$a(\theta, \varphi) = C_{00}Y_{00} + \sum_{l=1}^{L_{max}} \sum_{m=-l}^l C_{lm}Y_{lm}(\theta, \varphi), \quad (3.7)$$

avec $C_{00}Y_{00} = a(1 - \frac{\alpha_{00}}{\sqrt{4\pi}})$, où le terme $\frac{\alpha_{00}}{\sqrt{4}}$ correspond à la différence sur le rayon a d'une sphère de volume équivalent. Les fonctions $Y_{lm}(\theta, \varphi)$ sont les harmoniques sphériques réelles et C_{lm} sont les coefficients pondérateurs déterminés par une méthode de minimisation de l'écart entre la forme réelle et $a(\theta, \varphi)$.

Le nombre L_{max} , définissant l'ordre d'approximation de la décomposition, est obtenu en appliquant le théorème de Nyquist-Shannon. En effet, la surface intérieure est discrétisée tous les $\Delta\theta = \frac{\pi}{2N_\theta}$ et $\Delta\varphi = \frac{\pi}{N_\varphi}$ où N_θ et N_φ sont le nombre de coupes ainsi que le nombre de points par coupe respectivement. D'après le théorème de Nyquist-Shannon, la valeur limite du nombre L_{max} est atteinte lorsque

$$2\Delta\phi = \frac{2\pi}{L_{max}}, \quad (3.8)$$

autrement dit pour $L_{max} = N_\varphi$.

Le volume contenu à l'intérieur de la surface de la quasi sphère définie à l'équation 3.7 est obtenu par

$$V = \frac{1}{3} \int_0^\pi d\theta \int_0^{2\pi} a^3(\theta, \varphi) \sin(\varphi) d\varphi \quad (3.9)$$

L'orthogonalité des harmoniques sphériques permet d'écrire l'expression du volume de la manière suivante

$$V = \frac{C_{00}Y_{00}}{3} \left[C_{00}^2 + \sum_{l \geq 1, m}^{L_{max}} C_{lm}^2 \right] = \frac{4\pi}{3} a_{eq}^3. \quad (3.10)$$

Le rayon équivalent est alors estimé par

$$a_{eq}^{CMM} \approx \frac{C_{00}}{\sqrt{4\pi}} \left[1 + \sum_{l \geq 1, m}^{L_{max}} \frac{C_{lm}^2}{C_{00}^2} \right]. \quad (3.11)$$

Par cette méthode et à une température de 20 °C, le rayon équivalent de BCU3 est $a_{eq}^{CMM} = 49975,38 \mu\text{m}$ avec une incertitude de 0,1 μm .

3.5 Conclusion

L'outil principal de mesure de la vitesse du son est décrit dans ce chapitre. Le résonateur quasi sphérique utilisé pour les mesures présentées dans cette étude a les caractéristiques suivantes :

- une coque en cuivre d'épaisseur minimale de 10 mm ;
- un volume intérieur égale à 0,5 L ;
- possède 6 bouchons coniques en cuivre pour positionner les transducteurs et les tubes ;
- une surface interne faiblement rugueuse car usinée à l'aide d'un outil diamant ;
- un rayon équivalent, déterminé par deux techniques indépendantes, dont les estimations sont répertoriées dans le tableau 3.4.

L'écart relatif de 6×10^{-6} entre les valeurs des a_{eq} déterminés par les deux méthodes est dû à des modifications du volume intérieur lorsque les hémisphères sont vissés. Cet effet a été mis en évidence par Albo [81] et Underwood *et al.* [82].

Une récente étude sur la détermination du rayon équivalent à l'aide de deux techniques (pycnométrie et spectroscopie électromagnétique) a permis de diminuer cet écart pour un autre résonateur à $0,46 \times 10^{-6}$, avec une incertitude relative totale de $1,81 \times 10^{-6}$ [68].

TAB. 3.4 – Comparaison des valeurs du rayon équivalent obtenus par deux méthodes

Méthode	a_{eq} (en μm)	$u(a_{eq})$ (en μm)
Spectroscopie électromagnétique	49975,095	0,014
Cartographie tri-dimensionnelle	49975,38	0,1

Pour finir, l'étape qui consiste à assembler les hémisphères à l'aide des deux méthodes d'alignement développées au LCM/LNE-CNAM, s'est avérée très concluante.

3.5. CONCLUSION

Chapitre 4

Contrôle des paramètres environnementaux et instrumentation du résonateur

4.1 Introduction

En rappel de l'équation du viriel acoustique vue en Introduction, la vitesse du son, à une pression P et à une température T dans un gaz de masse molaire M , peut être estimée de la manière suivante

$$u^2(T, P) = \gamma_0 \frac{RT}{M} (1 + \beta_1(T)P + \beta_2(T)P^2 + \dots), \quad (4.1)$$

où β_1 et β_2 sont les second et troisième coefficients du viriel acoustique à la température T . Dans le but de mettre en évidence la dépendance de la vitesse du son par rapport aux paramètres M , P et T , la figure 4.1 présente les variations de u pour différents gaz (argon, hélium)¹ de $P = 0,1$ MPa à $P = 0,7$ MPa, à $T = 273,16$ K et $T = 293,16$ K.

De plus, pour donner un ordre de grandeur des vitesses du son, le tableau 4.1 permet de comparer les valeurs de u pour l'argon et l'hélium à celle de l'air² à $P = 0,1$ MPa et $T = 273,16$ K et $T = 293,16$ K.

Le but de l'expérience décrite dans cette étude étant de mesurer u avec une incertitude inférieure à 1×10^{-6} , ces paramètres constituent alors l'environnement de mesure qu'il est nécessaire de maîtriser. Ainsi, les mesures sont réalisées dans un environnement contrôlé à l'aide d'un montage où le résonateur est placé en son cœur. La figure 4.2 décrit les différents éléments qui le constitue.

L'objet de ce chapitre est de détailler ce montage en présentant ses différents éléments ainsi que ses différents moyens techniques mis en œuvre permettant le contrôle fin de la température, de la pression ainsi que de la pureté du gaz.

¹Pour cette illustration, les vitesses du son ont été calculées à l'aide du logiciel RefProp [42]

²La composition de l'air pour ces calculs est de (75,57% de diazote (N_2), 23,16% de dioxygène (O_2) et 1,27% d'argon (Ar)), et est basée sur le modèle de Lemmon [83].

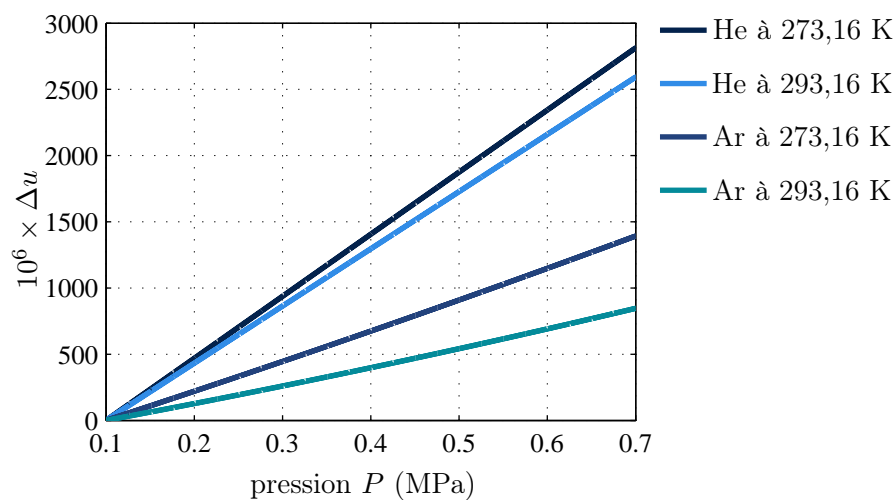


FIG. 4.1 – Variations de la vitesse du son estimée à l’aide du logiciel RefProp [42] dans deux gaz (argon, hélium) à 273,16 K et à 293,16 K, et normalisées à $P = 0,1$ MPa

TAB. 4.1 – Vitesse du son estimée à l’aide du logiciel RefProp [42] dans trois gaz (argon, hélium et air) à 273,16 K et à 293,16 K, à $P = 0,1$ MPa

gaz	$T = 273,16$ K	$T = 293,16$ K
	u ($\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$)	u ($\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$)
Ar	307,86	318,96
Air	331,49	343,39
He	971,91	1007,86

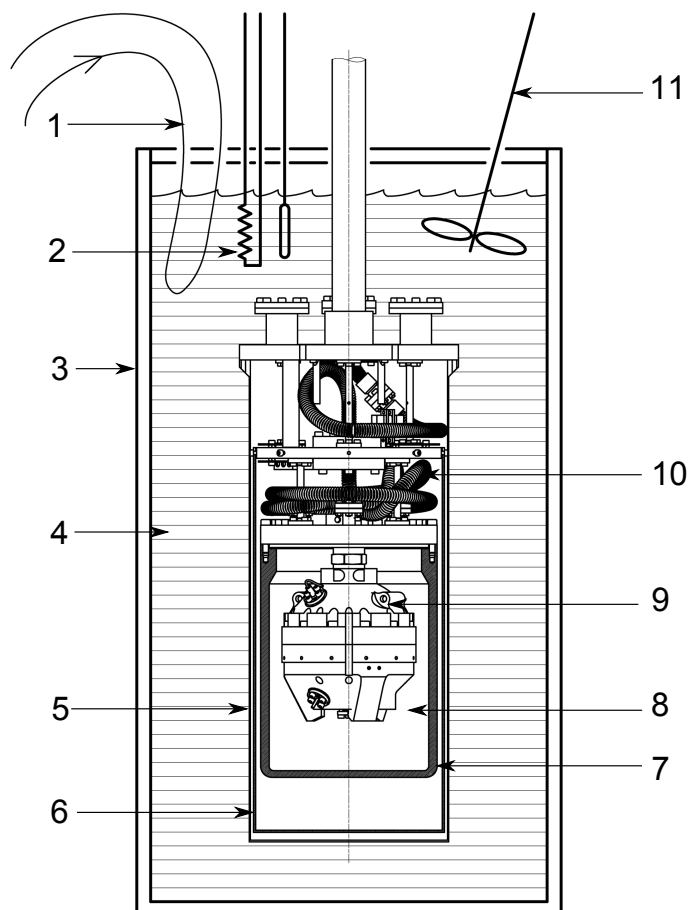


FIG. 4.2 – Schéma du thermostat immergé dans le bain à température contrôlée, dans lequel le résonateur acoustique est placé : (1) refroidisseur, (2) résistance chauffante, (3) paroi du bain, (4) mélange d'eau et d'éthanol, (5) vessel à vide en acier inoxydable, (6) écran thermique en cuivre plaqué or, (7) vessel à pression en cuivre plaqué or, (8) gaz d'étude (argon ou hélium), (9) résonateur acoustique, (10) gaine thermalisée contenant les câbles électriques des instruments de mesures (11) mélangeur.

4.1. INTRODUCTION

Le sujet traité en premier porte sur la capacité du montage de la figure 4.2 à stabiliser la température du résonateur autour de 273,16 K.

Ensuite, les éléments techniques permettant de réaliser un isotherme, allant de 0,05 MPa à 0,7 MPa, sont présentés.

La pureté du gaz étant le troisième point clef pour ces mesures, une troisième section aborde son système de distribution et de purification.

Enfin, les chaînes d'acquisition des données provenant des transducteurs acoustiques et électromagnétiques permettant la mesure de la vitesse du son sont présentées dans les deux dernières sections de ce chapitre.

4.2 Contrôle et mesure de la température du résonateur

4.2.1 Le contrôle de la température : présentation du cryostat

Le thermostat conçu pour ces expériences à la température du point triple de l'eau est un thermostat semblable à ceux utilisés en basse température, appelé cryostat. Celui-ci est composé de divers compartiments présentés à la figure 4.2.

La partie extérieure du cryostat est nommée Dewar (ou vase de Dewar - (3)). Ce récipient contient un mélange d'eau et d'éthanol maintenu à une température proche de la température du point triple de l'eau (4). Le Dewar permet une stabilisation thermique de la structure à une dizaine de mK. Il amortit également les variations de température présentes dans la salle de mesure, par l'inertie thermique de son bain. La température du liquide thermalisant est contrôlée à l'aide d'une sonde thermique et des apports de chaleur peuvent être effectués avec une résistance chauffante (1 et 2). Enfin, la température du bain est homogénéisée grâce à un mélangeur (11).

Le premier volume clos du cryostat est constitué d'une enceinte en acier inoxydable dans laquelle le vide est réalisé, découplant thermiquement l'intérieur du cryostat par rapport au Dewar (5). De plus, un écran thermique en cuivre plaqué or et régulé en température (6) entoure l'enceinte pressurisée renfermant le résonateur. Cet écran permet de contrôler les flux de chaleur par rayonnement et conduction. La stabilisation de la température à ce niveau est d'environ 0,5 mK.

Enfin, une dernière enceinte en cuivre plaqué or, l'enceinte pressurisée (7), renferme le résonateur (9) immergé dans le gaz de mesure (8).

Ce système permet de contrôler la température interne du système dans la zone de mesure avec une dérive inférieure à 0,1 mK/h. Ainsi la condition d'isotherme est proche d'être obtenue en terme de point de travail mais aussi de dérive.

4.2.2 Les mesures de la température

i) Le principe des mesures

Les mesures de température sont réalisées en relevant les variations de la résistance électrique R_X aux bornes d'un conducteur. La mesure précise de ces variations est obtenue grâce à un pont de résistance adapté aux mesures thermométriques (Automatic Systems Laboratories F18) sur lequel sont reliés les capteurs. Pour ce projet, et généralement dans la gamme de température similaire à celle de l'expérience, les capteurs utilisés sont des thermomètres à résistance de platine étalons, présentés par la suite dans cette section. Les valeurs de résistance sont ensuite comparées, via le pont de mesure, à une résistance étalon de chez Tinsley (modèle 5685A, numéro de série 873715) qui a été préalablement étalonnée par le pôle métrologie électrique du LNE et qui est très stable en fonction de la température (voir tableau 4.2). La figure 4.3 présente un schéma de la chaîne d'acquisition thermométrique.

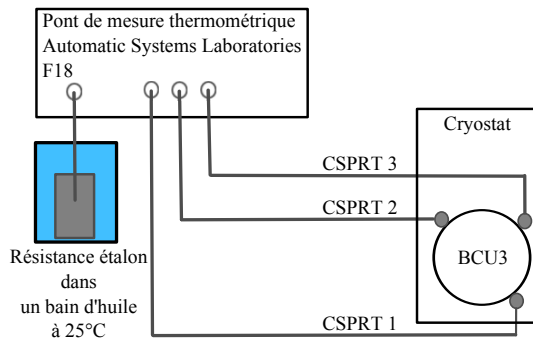


FIG. 4.3 – Schéma simplifié de la chaîne d'acquisition de la température au niveau du résonateur.

La température T_X autour de 273,16 K pour chaque thermomètre est alors donnée par

$$T_X = S^{\text{inv}}(r_X - r_{\text{PTE}}) \times R_S + 273,16, \quad (4.2)$$

où S^{inv} est la sensibilité inverse du thermomètre (exprimée en $\text{K} \cdot \Omega^{-1}$), $r_X = R_X/R_S$ et $r_{\text{PTE}} = R_{\text{PTE}}/R_S$ sont les rapports des résistances à la température expérimentale R_X et d'étalonnage R_{PTE} sur $R_S = 25,000\,016\,2(6,5) \, \Omega$, toutes à courant nul.³

ii) Les thermomètres à résistance de platine

Quatre thermomètres à résistance de platine étalons de type *capsule* (CSPRT : Capsule Standard Platinum Resistance Thermometer) sont utilisés pour contrôler l'homogénéité thermique de la coque du résonateur ainsi que les variations de sa température. Ils

³Le passage du courant dans le fil de platine engendre un échauffement du thermomètre (effet Joule) qui conduit alors à une erreur systématique de la mesure de la température. Cependant, cette erreur peut être quantifiée expérimentalement, cet auto-échauffement étant proportionnel à l'intensité au carré du courant traversant le fil de platine.

4.2. CONTRÔLE ET MESURE DE LA TEMPÉRATURE DU RÉSONATEUR

proviennent de quatre fournisseurs différents afin de minimiser un risque de biais lié à la fabrication de ces capsules, leur confection et technologie étant propre aux fabricants. Les quatre CSPRT utilisées pour cette étude sont les suivantes :

- Rosemount modèle 162D, numéro de série 1551, qui a sa capsule entièrement métallique ;
- Leeds & Northrup, numéro de série 1825277, qui a le corps de sa capsule en métal et sa tête en verre ;
- Hart Scientific modèle 5686, numéro de série HS135, qui a sa capsule entièrement en verre ;
- Tinsley modèle 5187L, numéro de série 229073, qui a le corps de sa capsule en métal et sa tête en verre.

Ces quatre thermomètres ont été étalonnés à 273,16 K. L'étalonnage des capsules réalisé au LCM/LNE-CNAM est décrit précisément dans [32]. Il est basé d'après les études de comparaisons internationales [84, 85]. Les valeurs de leur résistance interne à courant nul ainsi que leur sensibilité, sont données dans le tableau 4.2.

TAB. 4.2 – Valeur des résistances électriques et des sensibilités des quatre CSPRT utilisées ainsi que celles de la résistance étalon, à courant nul.

	Résistance (Ω)	Sensibilité ($\Omega \cdot K^{-1}$)
Rosemount - 162D (1551)	25,580 871 5 (128)	0,102
Leeds & Northrup (1825277)	25,547 299 6(179)	0,102
Hart Scientific - 5686 (HS135)	25,553 841 5(179)	0,102
Tinsley - 5187L (229073)	22,526 859 1(270)	0,090
Tinsley - 5685A (873715)	25,000 016 2(65)	5×10^{-5}

Les figures 4.4a et 4.4b montrent le type de thermomètre utilisé lors de ce projet. Leur longueur est d'environ 6 cm, pour un diamètre extérieur proche de 6 mm.

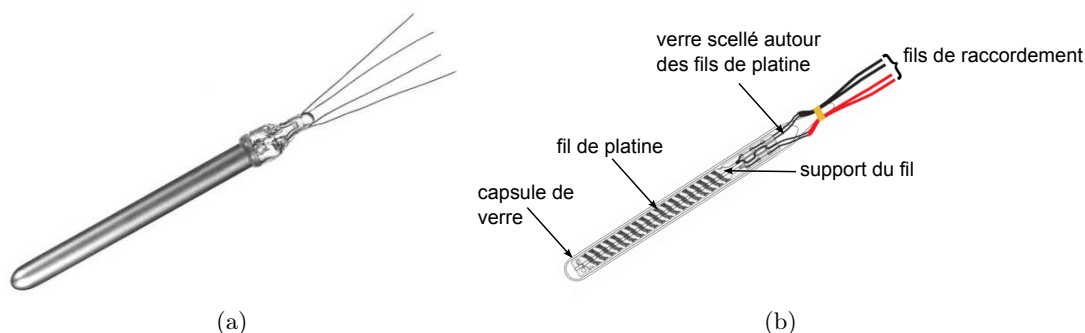


FIG. 4.4 – (a) Photographie d'un thermomètre à résistance de platine (modèle 5187L de Tinsley). (b) Schéma représentant les différents éléments d'un thermomètre à résistance de platine.

4.2. CONTRÔLE ET MESURE DE LA TEMPÉRATURE DU RÉSONATEUR

Des emplacements dans la coque du résonateur sont prévus afin de recevoir ces thermomètres. La figure 4.5 montre le positionnement des quatre sondes thermiques dans la coque du résonateur, pour les deux configurations de montage testées.

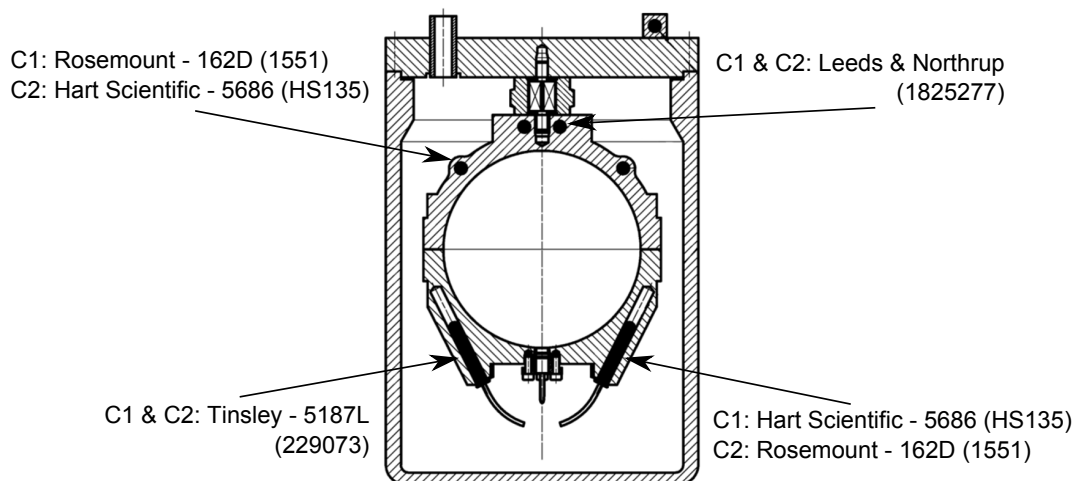


FIG. 4.5 – Schéma de la position des thermomètres dans la coque du résonateur pour les configurations C1 et C2

iii) Suivi en température lors des isothermes

L'analyse des mesures effectuées, décrite dans [32], permet de déterminer la température moyenne de la coque du résonateur, et par extension, celle du gaz. Disposant au final de trois capsules fonctionnelles sur les quatre prévues à l'origine⁴, la température moyenne du résonateur est obtenue en effectuant la moyenne arithmétique des températures des trois sondes restantes, soit

$$\bar{T} = \frac{T_{1551} + T_{1825277} + T_{HS135}}{3}. \quad (4.3)$$

Cependant, ne pouvant mesurer en continu les variations de température pour les trois CSPRT retenues en même temps, seule la *Rosemount 162D (1551)* a été utilisée pour mesurer la température au niveau du résonateur. Afin de s'assurer qu'il n'y ait pas de gradient de température, plusieurs études ponctuelles ont été réalisées en cours d'expérience pour faire ce contrôle [32].

Deux isothermes avec de l'argon ont été réalisées avec le résonateur BCU3. Pour chacune d'elles, la pression à l'intérieur du résonateur a été diminuée entre chaque palier, de 0,7 MPa à 0,05 MPa. Pour la première isotherme, 14 paliers de pression de 0,05 MPa chacun ont été réalisés, et il a fallu 15 jours pour que l'isotherme soit accomplie. La seconde isotherme a duré 27 jours et comportait 27 paliers de pression séparés de 0,025 MPa.

⁴La capsule fabriquée par la compagnie Tinsley (modèle 5187L) après études au LCM/LNE-CNAM, a été jugée instable dans le temps. De plus elle présentait des incohérences. Elle n'a donc pas été utilisée par la suite.

4.2. CONTRÔLE ET MESURE DE LA TEMPÉRATURE DU RÉSONATEUR

Lors des deux isothermes, il est possible d'observer des variations de température du gaz autour de 273,16 K, comme le montre les graphiques de la figure 4.6.

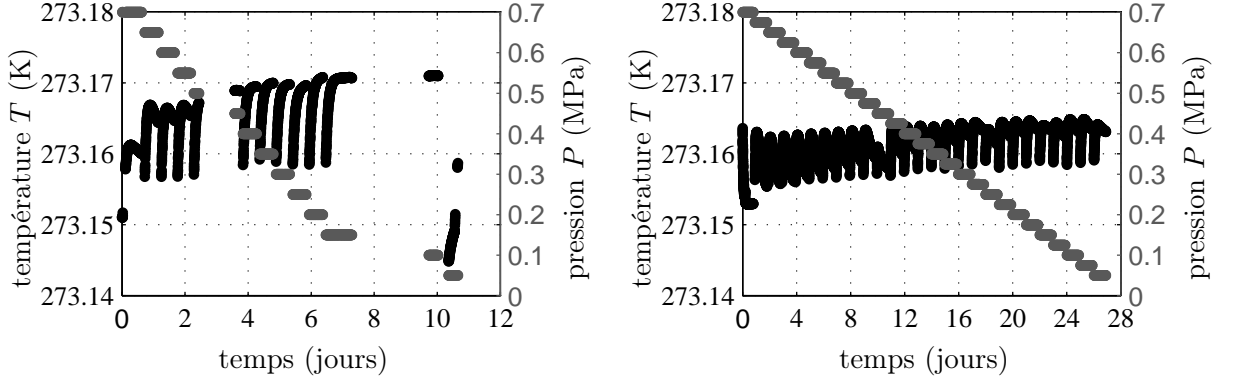


FIG. 4.6 – Variations de la température (points noir) et de la pression (points gris) à l'intérieur du résonateur lors de l'isotherme réalisée en mai 2009 (gauche) et celle réalisée en juillet 2009 (droite)

Ces variations bien que très faibles par palier de pression sont visibles lors des mesures de la vitesse du son. En effet, une variation de la température du gaz de 1 mK engendre une modification de l'ordre de 4 ppm sur u^2 à $T = 273,16$ K.

Afin de considérer les mesures acoustiques comme étant réalisées à 273,16 K, celles-ci sont normalisées à T_{PTE} en utilisant les formules suivantes

$$\begin{cases} f_{ln}(T, P) = \frac{\nu_{ln}}{2\pi a} u(T, P) \\ f_{ln}(T_{PTE}, P) = \frac{\nu_{ln}}{2\pi a} u(T_{PTE}, P) \end{cases} \quad (4.4)$$

À partir de l'équation 4.1 définissant la vitesse du son u et en se limitant au degré 1 de la pression, l'égalité entre la fréquence de résonance expérimentale à la température T et celle normalisée à la température T_{PTE} donne

$$f_{ln}(T_{PTE}, P) = f_{ln}(T, P) \times \sqrt{\frac{T_{PTE}}{T}} \times \sqrt{\frac{1 + \frac{\beta_1(T_{PTE})}{RT_{PTE}} P}{1 + \frac{\beta_1(T)}{RT} P}}. \quad (4.5)$$

4.3 Contrôle et mesure de la pression à l'intérieur du résonateur

Le cryostat fait partie intégrante du système de régulation de pression, avec une entrée et une sortie de gaz distinctes.

De part et d'autre de chacune de ces deux ouvertures, se trouve un régulateur de débit massique permettant de générer un écoulement de gaz asservi à un capteur de pression. L'utilisation de ces quatre instruments permet à la fois de réguler la pression à l'intérieur du résonateur sphérique, mais aussi d'y renouveler le gaz contenu à l'aide d'un débit. De plus, en amont ainsi qu'en aval du résonateur se trouve un assemblage de volumes tampons, conduits et valves dans le but d'obtenir un débit de gaz constant.

L'ensemble de ces éléments constitue le système de distribution de gaz (SDG), inspiré de celui réalisé auparavant au NIST [86]. La figure 4.7 présente le système utilisé.

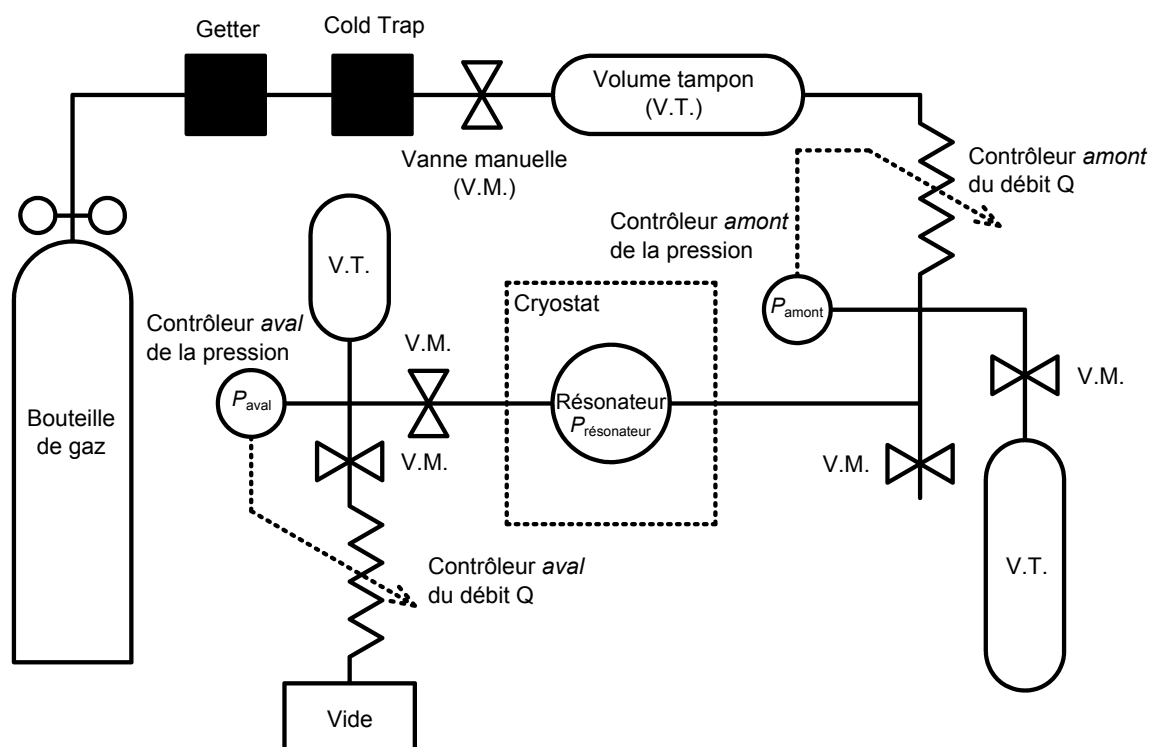


FIG. 4.7 – Schéma représentant les différents éléments qui constituent le système de distribution de gaz permettant de contrôler la pression ainsi que la pureté de l'argon

La pression à l'intérieur du résonateur est connue en réalisant une analogie électrohydraulique où les conduits compris entre les points de mesure des pressions amont et aval et le résonateur sont considérés comme des résistances hydrauliques $R_{\text{conduit}(1,2,3)}$ en série. La figure 4.9 donne le schéma électrique de l'analogie appliquée à la configuration de ce

4.3. CONTRÔLE ET MESURE DE LA PRESSION À L'INTÉRIEUR DU RÉSONATEUR

cryostat, pour un débit constant Q dans le système de distribution de gaz, simplifié à la figure 4.8.

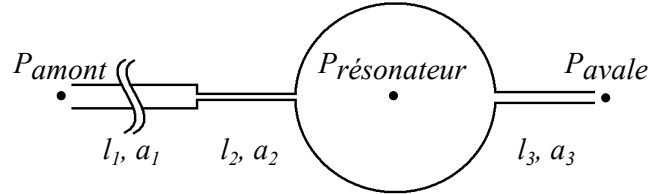


FIG. 4.8 – Schéma représentant les principaux éléments pris en compte pour l'analogie électro-hydraulique du système de distribution de gaz

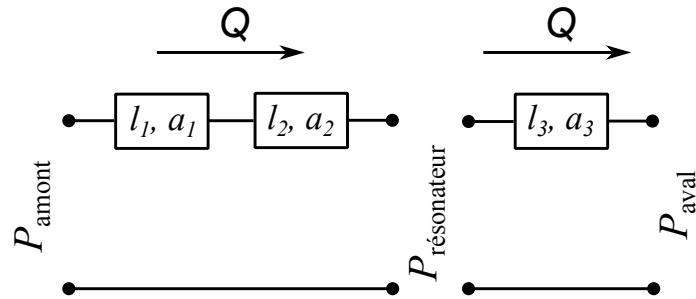


FIG. 4.9 – Schéma électrique de l'analogie électro-hydraulique du système de distribution de gaz présenté à la figure 4.8

Pour des écoulements de Poiseuille en régime laminaire dans un conduit de section circulaire, R_{conduit} est définie de la manière suivante

$$R_{\text{conduit}} = \frac{8\mu l_{\text{conduit}}}{\pi a_{\text{conduit}}^4}, \quad (4.6)$$

où μ est la viscosité dynamique du gaz, l_{conduit} et a_{conduit} sont respectivement la longueur et le rayon du conduit. En appliquant alors la loi d'Ohm en amont ainsi qu'en aval du résonateur, le système de deux équations suivant est obtenu

$$\begin{cases} Q = \frac{P_{\text{amont}} - P_{\text{resonateur}}}{R_{\text{conduit1}} + R_{\text{conduit2}}}, \\ Q = \frac{P_{\text{resonateur}} - P_{\text{aval}}}{R_{\text{conduit3}}}, \end{cases} \quad (4.7)$$

En posant $R_{\text{totale}} = R_{\text{conduit1}} + R_{\text{conduit2}} + R_{\text{conduit3}}$, il vient

$$P_{\text{resonateur}} = \frac{R_{\text{conduit3}}}{R_{\text{totale}}} P_{\text{amont}} + \frac{R_{\text{conduit1}} + R_{\text{conduit2}}}{R_{\text{totale}}} P_{\text{aval}}, \quad (4.8)$$

ce qui donne pour les valeurs de longueur et de rayon répertoriées dans le tableau 4.3, la relation reliant les pressions P_{amont} et P_{aval} à la pression $P_{\text{resonateur}}$

$$P_{\text{resonateur}} = 0,0333 \times P_{\text{amont}} + 0,9667 \times P_{\text{aval}}. \quad (4.9)$$

4.4. CONTRÔLE DE LA PURETÉ DU GAZ PAR PIÈGE À IMPURETÉ

TAB. 4.3 – Tableau récapitulant les dimensions des conduits à section circulaire disposés en amont et en aval du résonateur

Conduit	l_{conduit} (m)	a_{conduit} (mm)
1	6	0,508
2	0,05	0,254
3	0,05	0,371

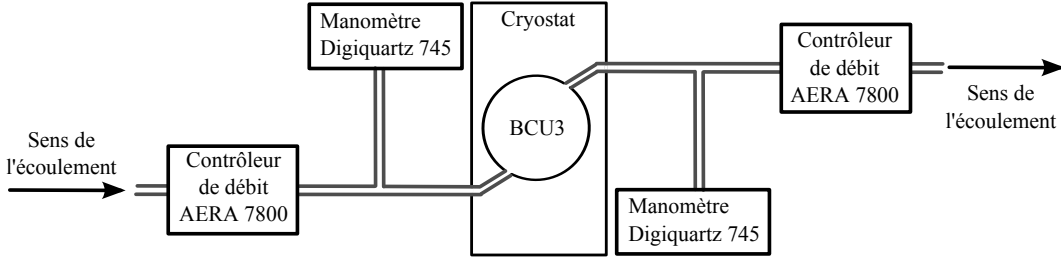


FIG. 4.10 – Schéma simplifié sous forme de bloc de la chaîne d'acquisition de la pression au niveau du résonateur

4.4 Contrôle de la pureté du gaz par piège à impureté

L'obtention d'une incertitude relative inférieure à 1×10^{-6} sur la mesure de la vitesse du son dans un gaz nécessite une connaissance précise de la masse molaire M du milieu de propagation. Comme le montre la figure 4.11, la présence d'impureté en très faible quantité engendre une modification de u .

La vitesse du son dans un gaz composé de n_{mix} différents éléments (atomes ainsi qu'isotopes) peut être calculée de la manière suivante [87]

$$u_{\text{mix}}^2 = RT \frac{C_{p,\text{mix}}}{M_{\text{mix}} C_{v,\text{mix}}} \quad (4.10)$$

où $C_{p,\text{mix}}$, $C_{v,\text{mix}}$ et M_{mix} sont respectivement les capacités calorifiques massiques à pression et volume constants ainsi que la masse molaire du mélange, calculées comme étant la moyenne pondérée par la concentration x_i des différents éléments présents dans le mélange, comme suit

$$\gamma_{\text{mix}} = \frac{\sum_i^{n_{\text{mix}}} x_i C_{p,i}}{\sum_i^{n_{\text{mix}}} x_i C_{v,i}} \text{ et } M_{\text{mix}} = \sum_i^{n_{\text{mix}}} x_i M_i. \quad (4.11)$$

Dans le but d'avoir une incertitude faible sur le gaz utilisé, la concentration en impuretés doit être minimisée et la composition isotopique du gaz doit être connue. De plus, il doit être garanti une composition constante tout au long des expériences et d'éviter toutes pollutions qui viendraient modifier sa constitution.

Pour répondre au critère de composition du gaz, celui-ci provient de la compagnie Air Liquide⁵. L'argon contenu dans les bouteilles est obtenu par distillation fractionnée de l'air liquide ce qui permet de séparer l'oxygène de l'azote ainsi que de l'argon par distillation

⁵Bouteille ALPHAGAZ 2 - Air Liquide, 29, rue des Hautes Pâtures 92737 NANTERRE cedex

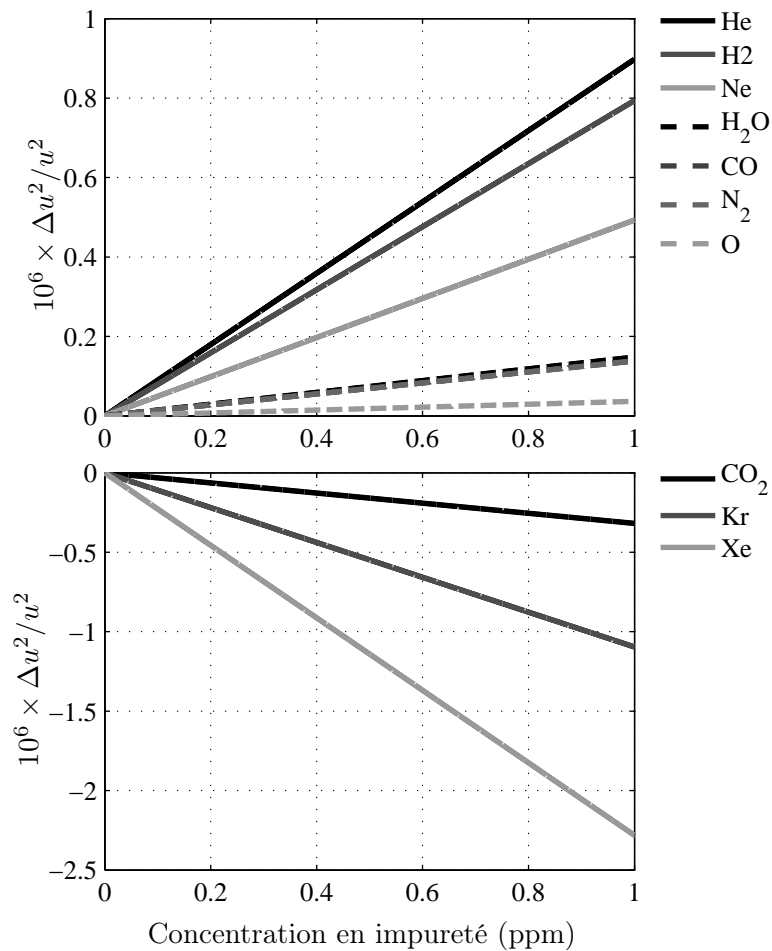


FIG. 4.11 – Contribution relative sur u^2 des principales impuretés pouvant être présentes dans l'argon, à $P = 0,1$ MPa et $T = 273,16$ K. Le graphique du haut concerne les impuretés qui augmenteraient u dans l'argon, celui du bas, qui la diminueraient. Il est à noter que les droites des éléments H_2O , CO et N_2 se superposent presque pour les taux de concentration présentés ici.

4.4. CONTRÔLE DE LA PURETÉ DU GAZ PAR PIÈGE À IMPURETÉ

cryogénique. Le tableau 4.4 donne les concentrations des impuretés présentes dans le gaz utilisé.

TAB. 4.4 – Concentration des impuretés présentes dans l’argon ALPHAGAZ 2 (données d’Air Liquide)

Éléments	Concentrations (ppb)
H_2O	< 500
N_2	< 300
CO_2 , CO, O_2 , CnHm et H_2	< 100

La présence de ces impuretés ne va donc influencer que faiblement les mesures de u^2 , par comparaison de leur concentration avec la figure 4.11.

De plus, dans l’atmosphère, trois isotopes stables de l’argon sont observables en différentes proportions : $^{36}_{18}Ar$, $^{38}_{18}Ar$ et $^{40}_{18}Ar$, ce dernier étant celui présent à 99,6%. Leur masse molaire M est alors plus ou moins grande suivant le nombre de neutrons qui composent leur noyau. La masse molaire M de l’argon utilisé a alors été déterminée, en prélevant un échantillon de gaz en sortie de son système de distribution, dans le but de connaître sa composition isotopique. Cette mesure a été réalisée à l’Institute for Reference Materials and Measurements (IRMM, Geel, Belgique) par spectrométrie de masse de l’échantillon de gaz et décrite dans [88]. Les masses molaires des différents isotopes [89] et leur proportion dans le gaz utilisé au LCM/LNE-CNAM sont répertoriés dans le tableau 4.5.

TAB. 4.5 – Masse molaire des isotopes stables de l’argon, et leur proportion dans le gaz utilisé pour cette expérience [88]

Isotopes	Masse molaire ($10^3 \times kg \cdot mol^{-1}$)	Proportion (%)
$^{40}_{18}Ar$	39,962383123(3)	99,6035
$^{38}_{18}Ar$	37,9627324(4)	0,0632
$^{36}_{18}Ar$	35,9675451(3)	0,3333
Total : M	39,947805(6)	

En plus de la composition isotopique du gaz, l’IRMM a également effectué une étude sur la présence d’impureté. Le tableau 4.6 présente ces résultats.

Les incertitudes et la présence potentielle de certains éléments étant trop élevées pour l’objectif de cette étude, des tests complémentaires ont été effectués.

Ainsi, le gaz est filtré au sein même de l’expérience à l’aide de deux méthodes dans le but d’éliminer les dernières traces d’éléments polluants.

Deux systèmes en amont de la sphère ont pour action de “piéger” les possibles résidus. Chacun des deux pièges met en œuvre un principe qui lui est propre : le principe de congélation pour le premier, et celui d’adsorption pour le second.

Les deux sous sections suivantes présentent ces méthodes.

4.4. CONTRÔLE DE LA PURETÉ DU GAZ PAR PIÈGE À IMPURETÉ

TAB. 4.6 – Mesure réalisée par l’IRMM de la concentration des impuretés présentes dans l’argon ALPHAGAZ 2 utilisé au LCM/LNE-CNAM [88]

Éléments	Concentrations (ppm)	Incertitude standard (ppm)
N ₂	< 2	2
O ₂	< 0,150	0,10
H ₂ O	< 0,50	0,50
CO ₂	< 0,50	0,50
H ₂	non mesuré	non mesuré
THC	non mesuré	non mesuré
He	< 1,00	1,000
Ne	< 1,00	1,000
Kr	non mesuré	non mesuré
Xe	non mesuré	non mesuré

4.4.1 Le cold trap

i) Présentation

La technique de traitement du gaz par congélation permet de piéger les particules ayant leur point de congélation supérieur à celui de l’argon, qui se situe à $T = 83,79$ K. Ce système (*cold trap* en anglais, *piège à froid* traduit littérairement) fonctionne à une température d’environ 100 K. Il permet ainsi de congeler les éléments donnés dans le tableau 4.7.

TAB. 4.7 – Température des points de congélations des principaux éléments piégés par le *cold trap*

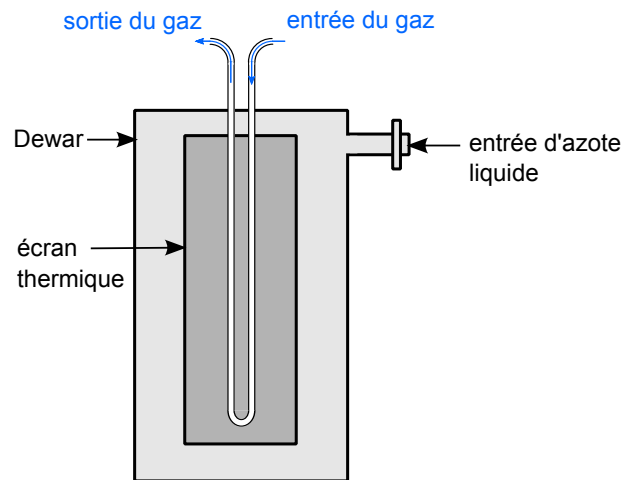
Éléments	Point de congélation (K)
H ₂ O	273,16
CO ₂	216,56
Xe	161,4
Kr	115,8

La figure 4.12 présente un schéma du coldtrap conçu au LCM/LNE-CNAM.

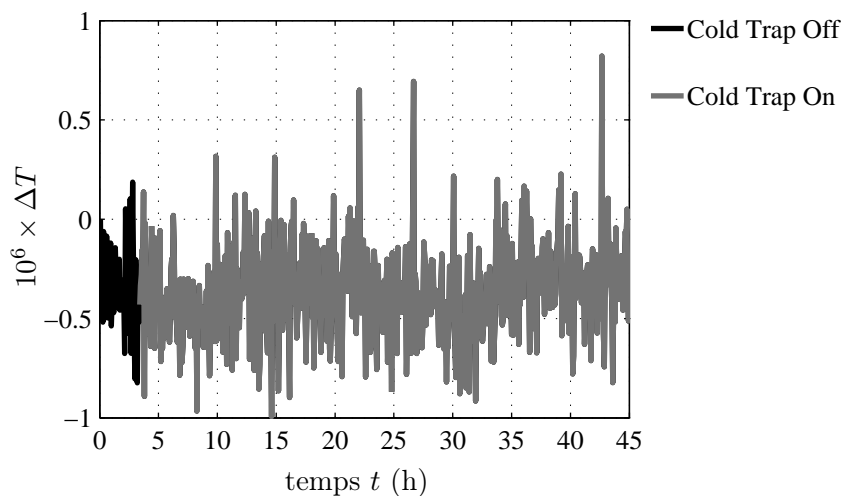
ii) Analyse de la qualité du gaz après fonctionnement du cold trap par l’écart-type d’Allan

L’effet du cold trap sur la purification du gaz a été observé en analysant les différences entre la température donnée par les CSPRT (présentées dans la section ii)) et celle mesurée par thermométrie acoustique : la composition du gaz n’influençant que la seconde méthode. Ces écarts qui ne sont pas fonctions de la température, sont calculés de la manière suivante

$$\Delta T = \frac{T_{acoustique} - T_{CSPRT}}{T_{CSPRT}}. \quad (4.12)$$


 FIG. 4.12 – Vue en coupe et en 2 dimensions du *cold trap* utilisé en amont de la sphère

La figure 4.13 présente l'évolution de ΔT lors du test.


 FIG. 4.13 – Variation de ΔT sur 45 heures lorsque le *cold trap* est éteint ($t < 4$ h) et lorsqu'il est activé ($t > 4$ h)

L'outil d'analyse adapté ici à cette étude a été développé originellement pour caractériser la stabilité d'oscillateur [90]. Il est nommé écart-type d'Allan et est défini de la manière suivante pour un nombre N d'échantillons,

$$\sigma_{\Delta T}(\tau) = \sqrt{\frac{1}{2 \times (N - 2m + 1)} \sum_{n=1}^{N-2m+1} (\overline{\Delta T}(n+m) - \overline{\Delta T}(n))^2}, \quad (4.13)$$

où $\tau = m\tau_0$ est la période d'analyse avec $\tau_0 = 240$ s, la période d'échantillonnage minimale et $m = 1, \dots, (N-1)/2$. Les $\overline{\Delta T}$ sont les moyennes sur τ des écarts définis à l'équation (4.12)

et estimés de la manière suivante

$$\overline{\Delta T}(n) = \frac{1}{m} \sum_{j=n}^{n+m-1} \Delta T(j), \quad (4.14)$$

avec $n = 1, \dots, N - 2m + 1$.

Cet outil permet de caractériser la variation d'un signal (ou d'un bruit) dans le temps, comme c'est le cas ici (voir figure 4.13). Par exemple, l'écart-type d'Allan d'un bruit blanc en fonction de τ est une droite de coefficient directeur -0,5, en échelle logarithmique.

Lors de cette expérience, une des questions est de savoir si ΔT varie de manière aléatoire, ou durant les 45 heures du test, s'il subit une modification suite à l'activation du cold trap ⁶.

Sur la figure 4.14, il est possible de voir que, pour les valeurs de τ inférieures à 4000 s (≈ 1 h), $\sigma_{\Delta T}(\tau)$ décroît de manière linéaire. Le coefficient directeur de la régression linéaire est de -0,47(01).

Pour des estimations de $\sigma_{\Delta T}$ lorsque $\tau > 4000$ s, la fonction $\sigma_{\Delta T}(\tau)$ n'est plus une simple droite, montrant ainsi que ΔT n'est pas uniquement régie par un processus aléatoire.

Ceci peut alors être interprété comme une modification de la composition du gaz compris dans le résonateur lorsque le cold trap est activé. L'écart-type de cette mesure au delà de $\tau = 7000$ s permet alors d'estimer l'incertitude supplémentaire qui est liée à la présence d'impureté, s'élevant alors à 0,06 ppm.

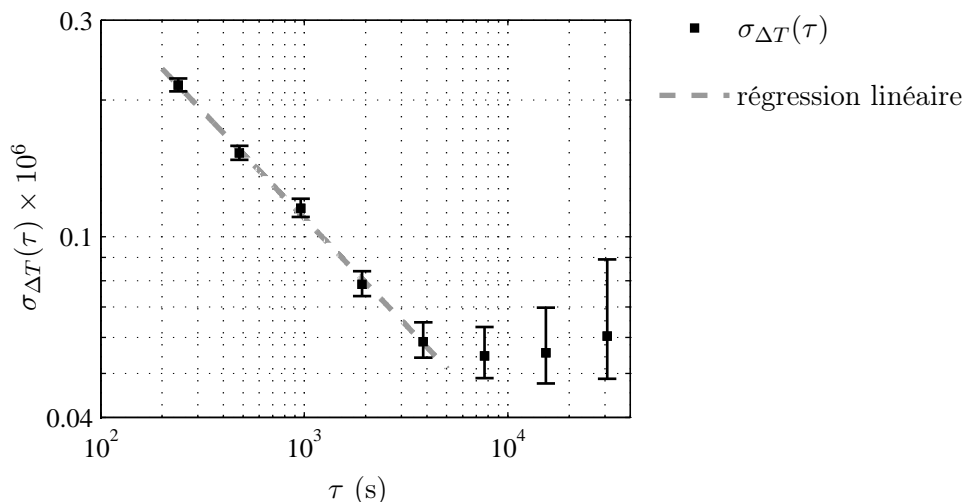


FIG. 4.14 – Analyse de la variation de ΔT par l'écart-type d'Allan. Observation de l'activation du *cold trap* sur la purification de l'argon

⁶Cet outil est également utilisé pour le second système de purification.

4.4.2 Le getter

i) Présentation

Le second système est un piège fonctionnant par adsorption et est appelé, en anglais, *getter*. Le modèle incorporé à l'expérience est le Valco Helium Purifier (HP2), de la compagnie VICI Valco Instruments ⁷. Il s'agit d'un piège à particules (atomes, molécules,...) qui comporte une partie chauffante composée d'un alliage de zirconium (Zr), vanadium (V), et de fer (Fe). Cet alliage a la capacité d'attirer sur sa surface des impuretés (atomes, molécules, etc) qui pourraient être présentes dans le gaz de mesure, telles que le dihydrogène (H_2), le dioxygène (O_2), l'eau (H_2O), le monoxyde et dioxyde de carbone (CO et CO_2) ainsi que le diazote (N_2). La température à laquelle le getter est utilisé est d'environ 400 °C, température pour laquelle les éléments cités en amont sont ionisés, ce qui permet leur fixation sur l'alliage et de purifier le gaz pour la suite de l'expérience. D'après le fabricant, ce système a la capacité de diviser par 1000 la concentration des impuretés citées préalablement, si à son entrée celles-ci sont de au maximum de 10 ppm.

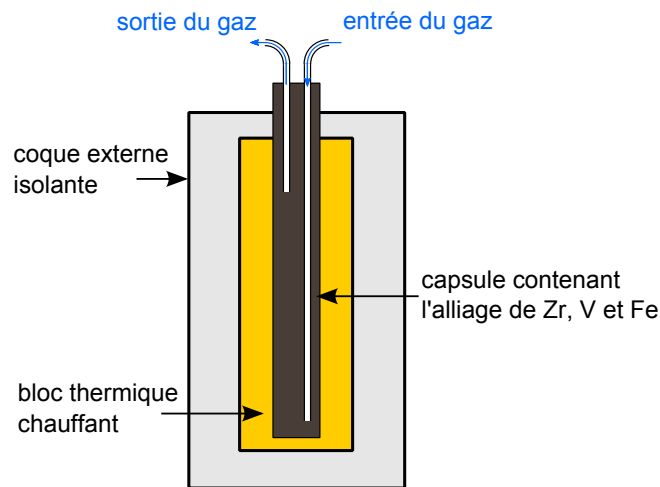


FIG. 4.15 – Vue en coupe et en 2 dimensions du *getter* utilisé en amont de la sphère

De même que pour le *cold trap*, l'allure de la différence entre la température donnée par les CSPRT et la thermométrie acoustique a été analysée avec deux méthodes. Comme le montre la figure 4.16, en fonction des 120 heures de test, l'écart de température entre les deux méthodes reste aléatoire lorsque le getter fonctionne.

⁷VICI Valco Instruments, www.vici.com

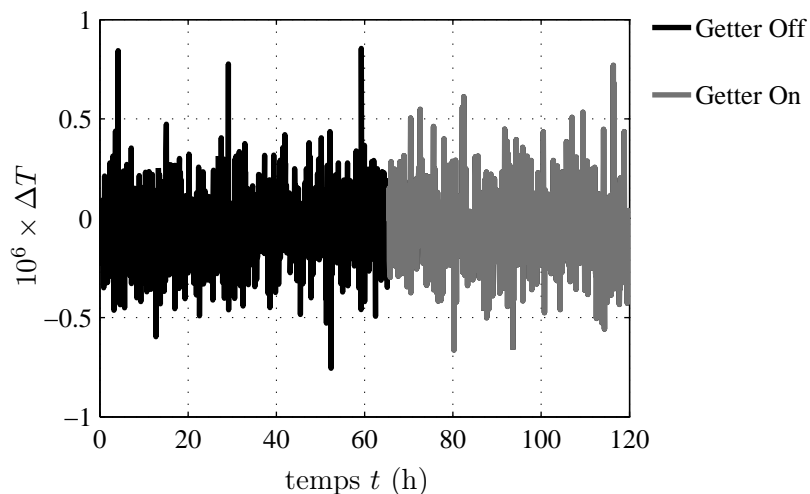


FIG. 4.16 – Variation de ΔT sur 120 heures lorsque le *getter* est éteint ($t < 64$ h) et lorsqu'il est activé ($t > 64$ h)

ii) **Analyse de la qualité du gaz après fonctionnement du getter par l'écart-type d'Allan**

Les résultats de l'analyse de ΔT par l'écart type d'Allan présenté à la figure 4.17, montrent un changement de pente pour une valeur de $\tau = 20000$ s (≈ 5 h). En dessous de cet intervalle, la fonction $\sigma_{\Delta T}(\tau)$ décroît de manière linéaire et le coefficient directeur de cette droite est -0,494(005). De même que dans le cas du cold trap, l'écart-type calculé au delà de la valeur de τ pour laquelle $\sigma_{\Delta T}(\tau)$ n'est plus une droite décroissante, mais devient constant, permet d'estimer l'incertitude liée à la présence d'impureté avant purification de l'argon. Dans le cadre de ce test, celle-ci s'élève à 0,02 ppm.

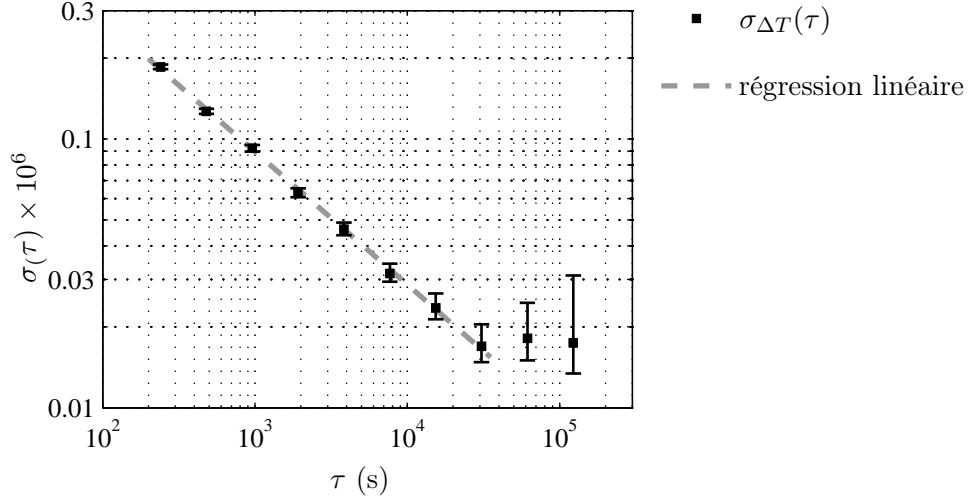


FIG. 4.17 – Analyse de la variation de ΔT par l'écart-type d'Allan. Observation de l'activation du *getter* sur la purification de l'argon

4.5 Contrôle de la pureté du gaz par débit continu

Le débit continu de gaz a deux utilités. Tout d'abord il permet un renouvellement du milieu de mesure. De plus, en cas de présence d'un phénomène de dégazage, les éléments libérés sont alors évacués [86]. Plusieurs valeurs de débits ont été utilisées lors des deux isothermes.

Ce débit créant un gradient de vitesse du fluide à l'intérieur du résonateur ne permet plus de faire l'hypothèse d'un fluide au repos. L'influence de l'écoulement ainsi créé n'a pas été observée lors des précédentes études faisant intervenir un débit de gaz dans une cavité [91, 86, 63, 65]. Les travaux présentés dans cette thèse ont permis de mettre en évidence un effet, d'amplitude relative de l'ordre de 1×10^{-6} , sur les mesures des fréquences de résonance en fonction du débit volumique.

L'estimation du débit volumique traversant le résonateur est tout d'abord abordée dans cette section. Ensuite, la série d'expériences qui a permis de mettre en évidence l'effet du débit sur les mesures est présentée. Dans une dernière section, l'extrapolation à débit nul des mesures est traitée.

4.5.1 Estimation du débit volumique

Ces débits ont été créés en réalisant un différentiel de pression entre l'amont et l'aval du résonateur ($P_{amont} > P_{aval}$). En reprenant la loi d'Ohm utilisée dans la section 4.3, le débit volumique peut alors être défini de la manière suivante

$$Q_v = \frac{\Delta P}{R_{totale}} = \frac{\pi (P_{amont} - P_{aval})}{8 \left(\frac{l_1}{a_1^4} + \frac{l_2}{a_2^4} + \frac{l_3}{a_3^4} \right) \mu}. \quad (4.15)$$

4.5. CONTRÔLE DE LA PURETÉ DU GAZ PAR DÉBIT CONTINU

À chaque pression statique P , le débit volumique est ensuite normalisé aux Conditions Standards de Température et de Pression (CSTP, définie pour $T = 20^\circ\text{C}$ et $P = 103 \text{ kPa}$). Cela est réalisé en utilisant la définition du débit massique Q_m

$$Q_m = \rho Q_v. \quad (4.16)$$

L'expression de la masse volumique d'un gaz est obtenue à partir de l'équation des gaz parfaits où le volume V du gaz est donné par

$$V = \frac{mRT}{MP}, \quad (4.17)$$

avec $m/M = n$, où n est le nombre d'atomes contenus dans le volume V . En posant $\rho = m/V$, l'équation 4.17 devient

$$\rho = \frac{MP}{RT}. \quad (4.18)$$

De plus, la densité d'un gaz parfait dans les CSTP vaut

$$\rho^s = \frac{M}{V_m}, \quad (4.19)$$

où $V_m = 22,4 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1}$ est le volume molaire, c'est à dire le volume occupé par une mole de gaz parfait, dans les CSTP, l'indice s indiquant que cette égalité n'est valable que pour ces conditions.

La formule permettant alors de connaître Q_v dans les CSTP, est donnée, en utilisant les définitions de ρ ainsi que de ρ^s pour

$$Q_v = \frac{\pi (P_{\text{amont}} - P_{\text{aval}})}{8 \left(\frac{l_1}{a_1^4} + \frac{l_2}{a_2^4} + \frac{l_3}{a_3^4} \right) \mu} \times \frac{\rho}{\rho^s} = \frac{\pi (P_{\text{amont}} - P_{\text{aval}})}{8 \left(\frac{l_1}{a_1^4} + \frac{l_2}{a_2^4} + \frac{l_3}{a_3^4} \right) \mu} \times \frac{V_m P}{RT}, \quad (4.20)$$

où P est la pression dans le système de distribution du gaz qui est estimée comme étant la moyenne entre P_{amont} et P_{aval} .

Finalement, le débit volumique (en $\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ dans les CSPT⁸) est calculé de la manière suivante

$$Q_v = \frac{\pi (P_{\text{amont}}^2 - P_{\text{aval}}^2)}{16\mu \left(\frac{l_1}{a_1^4} + \frac{l_2}{a_2^4} + \frac{l_3}{a_3^4} \right)} \times \frac{V_m}{RT}, \quad (4.21)$$

La figure 4.18 présente les valeurs de débit volumique Q_v généré lors des deux isothermes réalisées en 2009 au LCM/LNE-CNAM.

⁸L'unité *scm* correspond à un débit volumique standardisé de $60 \times 10^{-6} \text{ m}^3 \cdot \text{s}^{-1} = 1 \text{ cm}^3 \cdot \text{min}^{-1}$.

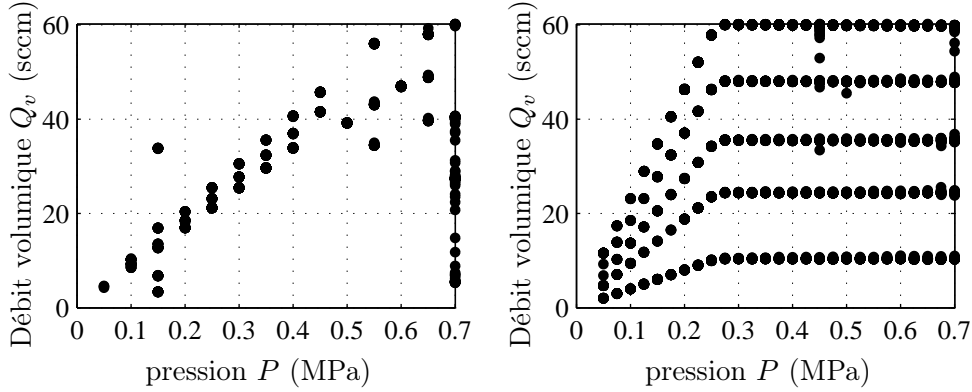


FIG. 4.18 – Valeur des débits de gaz générés lors des deux isothermes réalisées en mai (gauche) et juillet (droite) 2009 au LCM/LNE-CNAM, en fonction de la pression statique P

4.5.2 Caractérisation de l'effet du débit volumique sur les mesures de f_{0n}

Lors des premières analyses de l'isotherme de juillet, un effet systématique, lié au débit, sur les mesures des fréquences de résonance de la cavité a pu être mis en évidence [92]. Ce décalage est défini de la manière suivante

$$\Delta f^{Q_v} \equiv \frac{f_{Q_v} - f_{0n}}{f_{0n}}, \quad (4.22)$$

où f_{Q_v} est la fréquence de résonance mesurée pour un débit Q_v lors de la mesure du mode $0n$, et f_{0n} la fréquence de résonance à débit nul.

Le décalage fréquentiel mesuré lorsque que le débit varie de 3 sccm à 75 sccm à une pression statique $P = 0,1$ MPa est présenté en figure 4.19.

Plusieurs causes expérimentales peuvent expliquer ce décalage fréquentiel. Pour mieux comprendre cet effet sur la fréquence de résonance, des expériences supplémentaires ont été réalisées. Ainsi, cinq hypothèses concernant le contrôle de l'environnement de mesure ont été émises ; ce décalage pouvant provenir :

- d'un dégazage d'une ou plusieurs impuretés ;
- de la présence d'impuretés dans le volume de mesure ;
- d'une mauvaise estimation de la pression interne du résonateur ;
- d'une mauvaise thermalisation du gaz.

Dans le but d'expliquer la raison physique de cet effet, l'énergie cinétique du jet de gaz dans la cavité est estimée ; cette énergie entraînant une élévation locale de la température.

i) Hypothèse n°1 : dégazage d'une ou plusieurs impuretés

Les éléments du système de distribution de gaz en amont du résonateur ont été exposés à d'autres molécules que celle d'argon lors de leur fabrication et stockage. Avant l'assemblage final du système complet incluant le résonateur, un débit continu de gaz a été

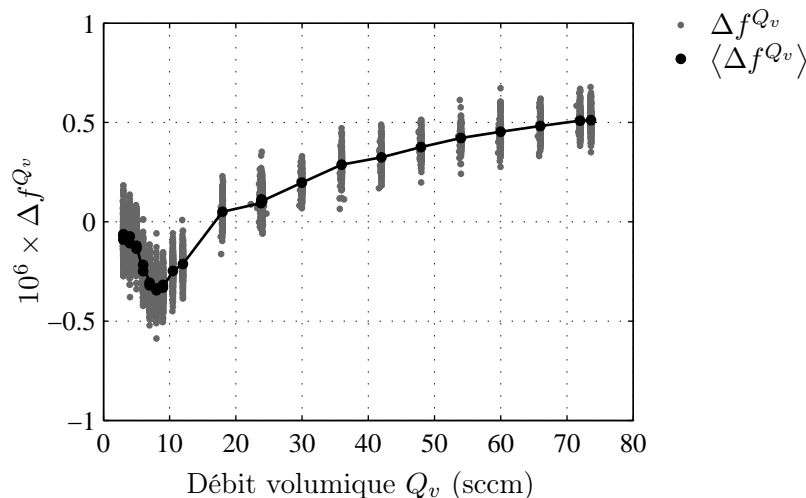


FIG. 4.19 – Décalage fréquentiel relatif Δf^{Q_v} , normalisé à débit nul, en fonction du débit volumique Q_v , à $T = 273,16$ K et $P = 0,1$ MPa.

réalisé afin de chasser le maximum d'impuretés. Cependant, des traces d'éléments autre que de l'argon, peuvent toujours être présentes en paroi des différents tubes, volumes et instruments. Ce *stock* d'impuretés peut alors être évacué au fur et à mesure, par le débit continu d'argon, modifiant ainsi la concentration en impureté dans le volume de mesure lorsque le débit change. Expérimentalement, cela se traduit par une modification de la fréquence de résonance. De plus, une des caractéristiques de cet effet est qu'en présence de dégazage à débit constant, le décalage fréquentiel varie jusqu'à devenir constant après un certain temps : le dégazage modifiant lentement la composition du milieu d'étude jusqu'à un certain niveau de concentration d'impureté. Cette observation a pu être réalisée pour un dégazage d'eau dans une expérience similaire [93].

Le décalage fréquentiel observé sur 24 heures, lorsque le débit volumique varie selon un échelon (avec $Q_v = 3$ sccm et $Q_v = 24$ sccm) est présenté en figure 4.20 ; chaque mesure étant espacée d'un maximum de 5 min.

Pour chaque changement de débit, Δf^{Q_v} varie de manière instantanée. Ceci est valable aussi bien pour un échelon croissant que décroissant. Il n'y a donc pas une modification lente de la composition du milieu d'étude. Ces observations permettent de conclure que le décalage fréquentiel lorsque le débit change n'est pas lié à un phénomène de dégazage pour cette expérience.

ii) Hypothèse n°2 : présence d'impureté dans le gaz de mesure

Cette supposition, confrontée aux résultats présentés dans la section 4.4, peut être réfutée. En effet, en purifiant le gaz, aucun décalage fréquentiel n'a été observé ; décalage fréquentiel lié au changement de débit qui est clairement observé dans cette section.

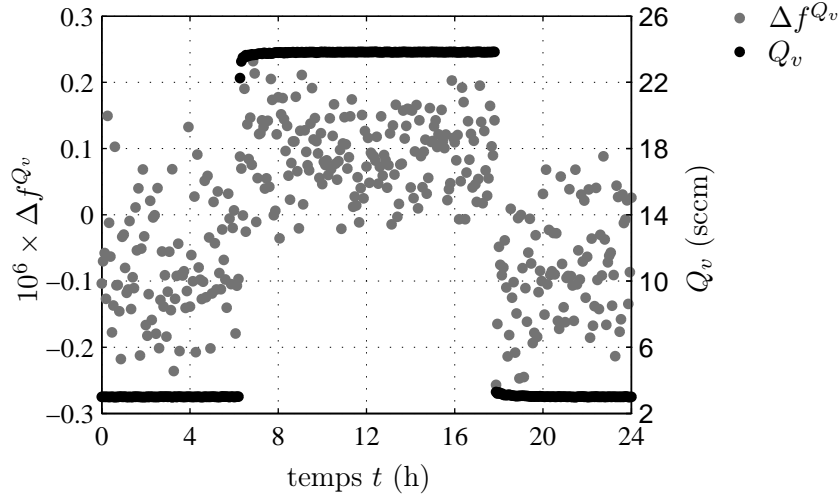


FIG. 4.20 – Variation du décalage fréquentiel relatif Δf^{Q_v} en fonction du temps, pour deux débits volumiques Q_v , à $T = 273,16$ K et $P = 0,1$ MPa.

iii) Hypothèse n°3 : une mauvaise estimation de la pression interne du résonateur

Le vitesse du son étant fonction de la pression statique à l'intérieur du résonateur, celle-ci a été estimée avec deux méthodes de mesure de P indépendantes. La première méthode est celle utilisant la formule de Poiseuille et qui est décrite à la section 4.3. La seconde méthode revient à mesurer la permittivité diélectrique de l'argon, celle-ci étant fonction de la pression statique, à l'aide des mesures électromagnétiques. La figure 4.21 présente le tracé de la pression statique estimée par la mesure de la permittivité diélectrique du milieu, en fonction de la pression estimée par la loi de Poiseuille (équation 4.9).

De plus, les mesures acoustiques sont influencées par la pression statique du milieu en modifiant, notamment, les largeurs à mi-hauteur des pics de résonance. La figure 4.22 présente les variations prédites par le modèle acoustique exposé dans le chapitre 2 aux largeurs à mi-hauteur mesurées du mode (0,3), pour des pressions statiques comprises entre 100,3 kPa et 100,7 kPa.

Dans les deux cas, les largeurs à mi-hauteur varient linéairement en fonction du débit. Le faible écart moyen entre le calcul théorique de la largeur à mi-hauteur g_{03}^{th} et celle mesurée g_{03}^{exp} , inférieur à 0,1 ppm, permet de conclure que la pression statique à l'intérieur du résonateur est convenablement estimée.

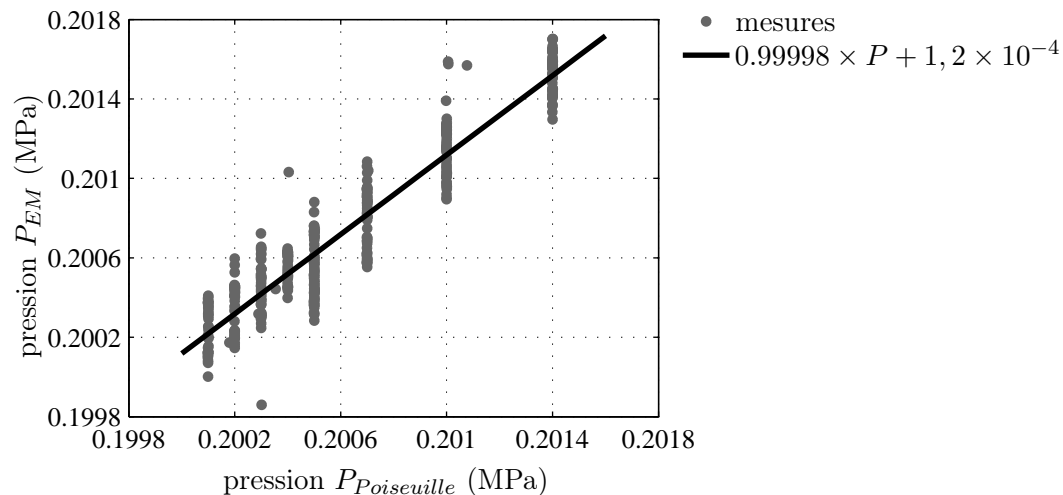


FIG. 4.21 – Tracé de la pression à l’intérieur du résonateur estimée à l’aide des mesures de la permittivité diélectrique de l’argon en fonction de la pression estimée par la formule de Poiseuille, à $T = 273,16$ K.

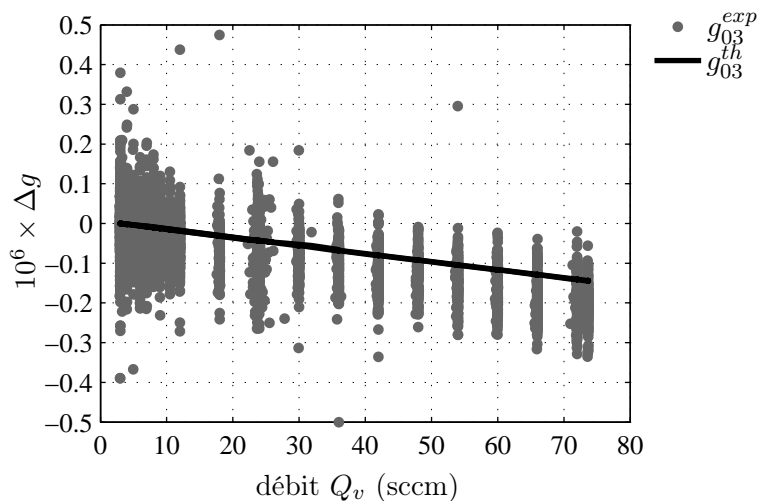


FIG. 4.22 – Comparaison des variations en fonction du débit, des largeurs à mi-hauteur mesurées et estimées à l’aide du modèle acoustique décrit dans le chapitre 2, pour le mode 03, à $T = 273,16$ K. Pour cette expérience, la pression statique vaut $100,5 < P < 100,7$ kPa.

iv) Hypothèse n°4 : une mauvaise thermalisation du gaz

La température de l'argon à la sortie de sa bouteille de stockage est à température ambiante, proche de 19°C. De cette température, le système de distribution de gaz doit thermaliser le gaz à T_{PTE} au niveau du résonateur via le système décrit à la section 4.2. Cependant, il se peut que cette thermalisation ne soit pas effectuée convenablement pour certaines valeurs de débits. C'est pourquoi, l'effet du débit a également été étudié pour une température du gaz proche de celle de la salle de mesure, la thermalisation étant moins difficile à réaliser dans ce cas. La figure 4.23 compare le décalage fréquentiel mesuré à $T = 273,16$ K et $T = 287,66$ K. Les faibles différences observées entre les deux expériences permettent de conclure que l'effet n'est pas lié à une mauvaise thermalisation du gaz. De plus, pour ces deux températures, l'effet peut être considéré de même amplitude, ce qui fera partie d'une des caractéristiques de cette perturbation.

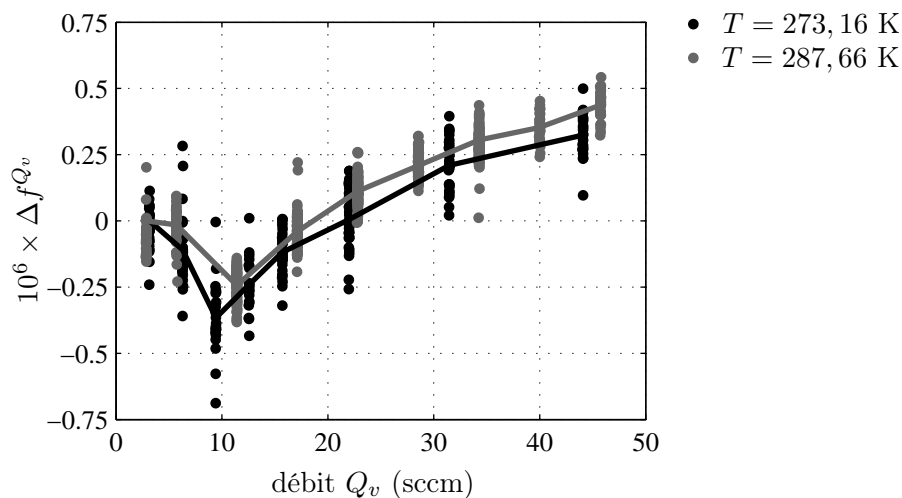


FIG. 4.23 – Comparaison des variations Δf^{Q_v} pour le mode (0,4) en fonction du débit pour deux températures de gaz $T = 287,66$ K et $T = 273,16$ K. Les traits pleins représentent les liens entre les valeurs moyennes des points de mesure de chaque débit.

v) **Estimation de la chaleur provenant d'un jet confiné à l'intérieur d'une cavité sphérique ainsi que de la puissance transmise à la paroi**

Le débit d'argon à l'entrée du résonateur entraîne la formation d'un jet de gaz qui traverse la cavité diamétralement avant d'impacter la paroi du résonateur. Ce jet peut être qualifié de confiné [94]. De plus, comme première approche, son rayon peut être considéré comme étant égal à celui du tube d'entrée ($a_{jet} = a_2 = 0,25$ mm), le jet n'ayant pas la distance $d \approx 2 \times a_{sphere} = 10$ cm suffisante pour s'étendre. Le mouvement du gaz suite à l'impact du jet est également négligé.

Ainsi, le problème se résume à un volume contenu dans une sphère de rayon a_{sphere} pour lequel le gaz est au repos, sauf dans un second volume de forme cylindrique de rayon a_{jet} et de hauteur $h_{jet} = 2 \times a_{sphere}$ dans lequel le gaz se déplace à une vitesse U_e qui est celle présente dans le tube d'entrée et de profil homogène, comme le présente la figure 4.24.

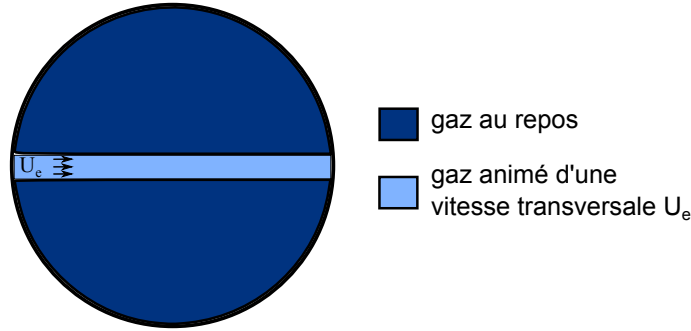


FIG. 4.24 – Schéma en coupe représentant la simplification du champ de vitesse de l'écoulement de gaz à l'intérieur du résonateur sphérique (l'échelle des rayons n'est pas respectée)

D'autre part, les nombres de Reynolds $Re = 2 \times \rho U_e a_2 / \mu$ de l'écoulement à l'entrée du résonateur sont présentés en figure 4.25. Ces valeurs sont inférieures à 2300, valeur pour laquelle l'écoulement est en transition vers le régime turbulent. Pour l'ensemble des débits générés, l'écoulement peut alors être qualifié de laminaire.

L'énergie cinétique présente dans le jet de gaz est connue grâce à

$$E_c = \frac{1}{2} \rho U_e^2 \quad (4.23)$$

Le transfert de chaleur créé par la différence de température ΔT entre le gaz au repos et celui en mouvement peut être estimé de la manière suivante

$$H = \rho \frac{C_p}{m} \Delta T \quad (4.24)$$

où m est la masse atomique du gaz. De plus, pour n mole d'atomes, $m = n \times M$ et il vient

$$C_p = \frac{5}{2} n R, \quad (4.25)$$

D'après la conservation des moments $E_c = H$ ce qui permet d'écrire ΔT de la manière suivante

$$\Delta T = U_e^2 \times \frac{M}{5R}. \quad (4.26)$$

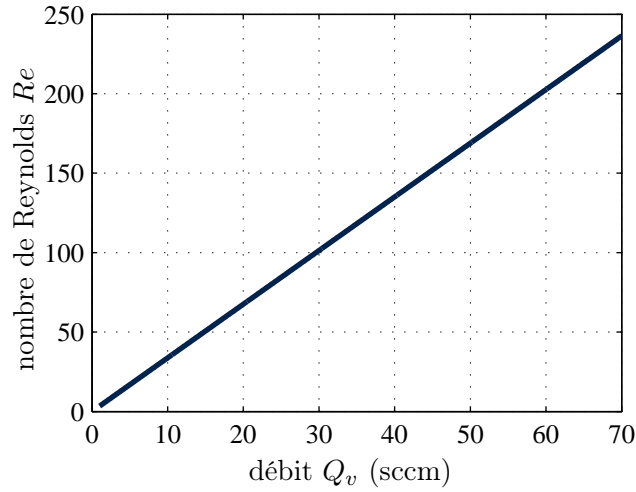


FIG. 4.25 – Estimation du nombre de Reynolds Re du jet de gaz à l’entrée de la sphère. L’ensemble des valeurs trouvées sont très inférieures à la valeur limite de la zone de transition du régime laminaire au régime turbulent qui est $Re > 2300$.

La figure 4.26 présente l’écart local de température dû à la conversion en chaleur de l’énergie cinétique présente dans le jet.

Pour les pressions allant jusqu’à 0,1 MPa, cette conversion en chaleur n’est pas négligeable, même si elle demeure toutefois locale. La puissance transmise à la paroi par le jet de gaz est alors estimée comme suit

$$\Pi = Q_v \times E_c = \frac{\pi a_{jet}^2}{2} U_e^3 \rho. \quad (4.27)$$

Pour la gamme de débit Q_v générés, la puissance transmise à la paroi est comprise entre 10^{-4} et $10^2 \mu\text{W}$. La figure 4.27 présente le décalage fréquentiel Q_v en fonction de la puissance du jet estimée avec l’équation (4.27).

Pour les puissances supérieures à $1 \mu\text{W}$, Δf^{Q_v} aux pressions de 0,05 MPa, 0,075 MPa et 0,1 MPa. Cette observation laisse supposer qu’une partie de l’effet lié au débit pourrait provenir de l’énergie cinétique apportée par l’écoulement du gaz dans la cavité. Il y aurait alors au moins deux raisons physiques qui expliqueraient l’observation de Δf^{Q_v} . La seconde pouvant être liée notamment au nombre de Mach $Mach = U_e/u$.

Pour finir, il est intéressant de noter que cette étude prédit que pour une utilisation d’un tube d’entrée de rayon plus grand, cet effet systématique diminuerait. De plus, pour des isothermes avec de l’hélium, l’amplitude de la puissance du jet de gaz serait dix fois inférieure à celle de l’argon.

À ce jour, aucune observation lors d’isothermes avec de l’hélium et avec la même cavité n’a été effectuée [95].

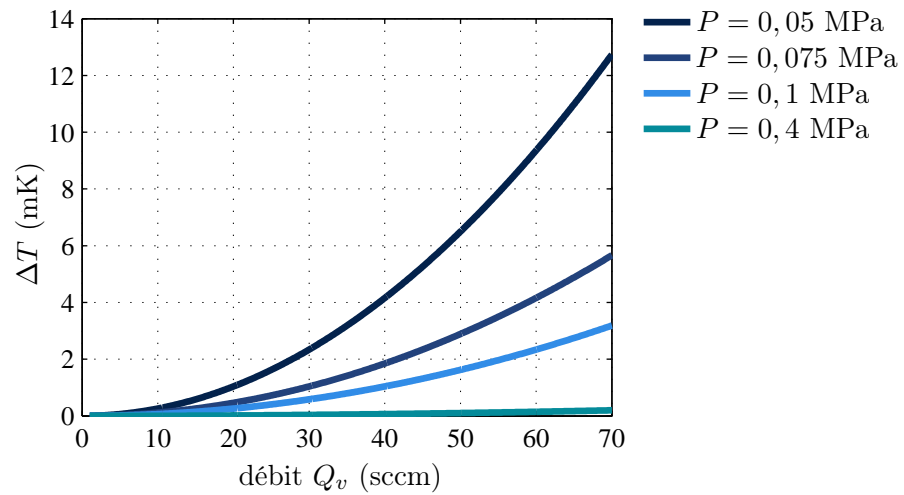


FIG. 4.26 – Écarts locaux de température dus à la conversion en chaleur de l'énergie cinétique présente dans le jet

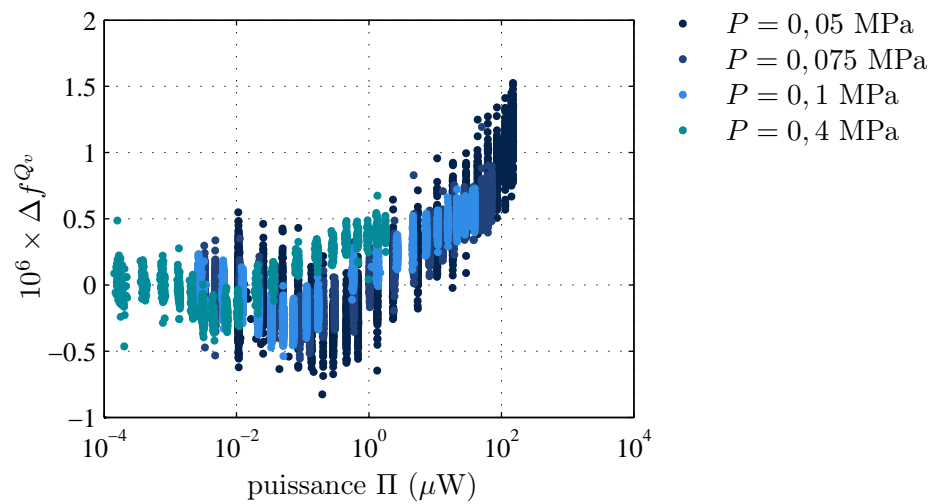


FIG. 4.27 – Décalage fréquentiel Δf^{Q_v} lié au débit en fonction de la puissance du jet estimée Π

vi) Caractéristiques de l'effet lié au débit d'argon

Après que l'influence du débit sur les mesures acoustiques ait été confirmée en 2010 à l'aide des études complémentaires [96, 97], cet effet a alors été caractérisé expérimentalement. Ainsi, l'effet du débit a cinq caractéristiques.

La première caractéristique est sa tendance, en fonction du débit, qui n'est pas linéaire.

La seconde est que l'effet est également fonction de la pression statique, son amplitude étant plus importante en basse pression, comme le montre la figure 4.28.

Le débit agit uniquement sur le décalage de la fréquence ; aucune dissipation énergétique n'a pu être observée.

De plus, aucune variation liée à la température du gaz n'a pu être observée (figure 4.23).

Enfin, l'analyse des données acquises lors de l'isotherme de juillet 2009 permet également d'affirmer que cet effet ne dépend pas de la fréquence, sur la gamme allant de 4000 à 26000 Hz, comme le montre la figure 4.29.

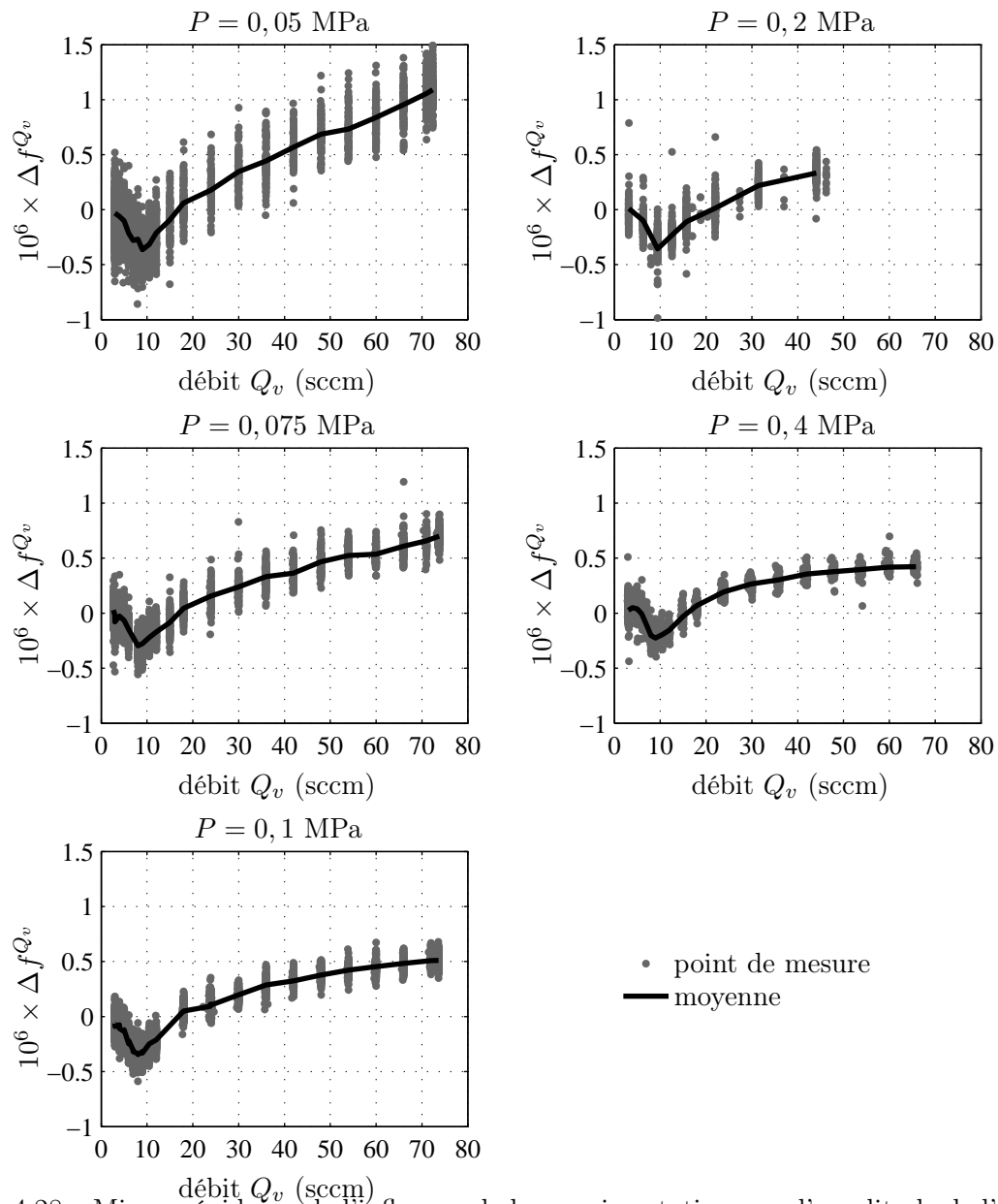


FIG. 4.28 – Mise en évidence de l'influence de la pression statique sur l'amplitude de l'effet du débit pour P allant de 0,05 MPa à 0,4 MPa. Les traits pleins représentent les liens entre les valeurs moyennes des points de mesure de chaque débit.

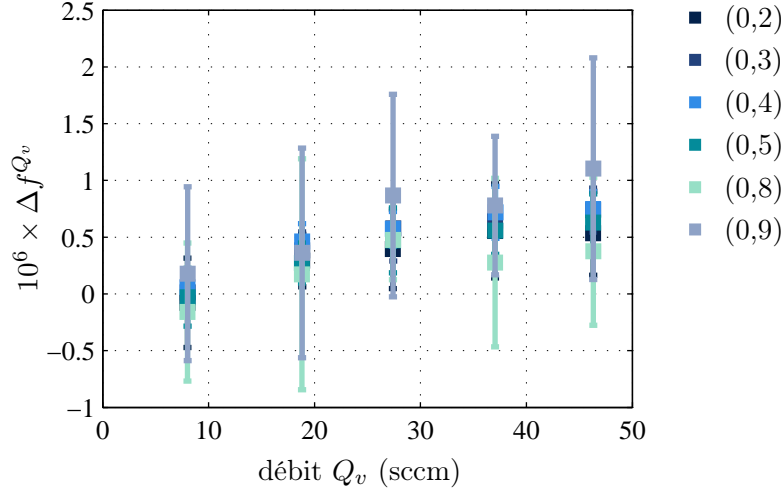


FIG. 4.29 – Décalage fréquentiel sur la gamme de fréquence d'étude, à $P = 0,2$ MPa et $T = 273,16$ K. L'amplitude de l'effet ne dépend pas de la fréquence du signal.

4.5.3 Extrapolation des données à débit nul

Au vue de la forme de l'effet du débit présentée à la figure 4.28, une fonction empirique comprenant quatre paramètres a été définie. Ces paramètres devaient répondre aux critères suivant :

- un terme qui joue le rôle d'une constante d'ajustement ;
- un terme en facteur servant de gain ;
- une constante pour laquelle la pente de l'effet change de signe ;
- un terme de puissance prenant en compte la diminution de l'effet en fonction de la pression statique.

Cette fonction est alors définie comme suit

$$f_{ajustement}(Q_v) = Q_1 + \left| \frac{Q_3 - Q_v}{Q_2} \right|^{Q_4}, \quad (4.28)$$

où les valeurs des paramètres Q_1 , Q_2 , Q_3 et Q_4 sont optimisées pour que la fonction soit ajustée au mieux aux données. La méthode d'estimation utilisée pour minimiser l'écart entre la fonction et les données, est la méthode des moindres carrés non-linéaire. La figure 4.30 présente les résultats de ces ajustements pour différentes pressions statiques.

Les valeurs des coefficients de la fonction ajustée sont répertoriés dans le tableau 4.8

Les valeurs du tableau 4.8 permettent, lors du traitement des données des isothermes, d'appliquer une correction qui annule l'effet du débit sur les mesures des fréquences de résonance acoustique. Cela est effectué en soustrayant à f_{Q_v} , le décalage fréquentiel estimé à l'aide de l'équation 4.28 pour un débit donné.

Cependant, l'extrapolation des données mesurées à $P = 0,2$ MPa donne des résultats qui ne sont pas compatibles avec ceux obtenus aux autres pressions (coefficients Q_3 et Q_4). Lors de l'analyse des isothermes, présentée dans le chapitre 5, ce résultat ne sera pas utilisé, car pouvant être approximé par celui obtenu à $P = 0,4$ MPa. En effet à partir de $0,2$ MPa,

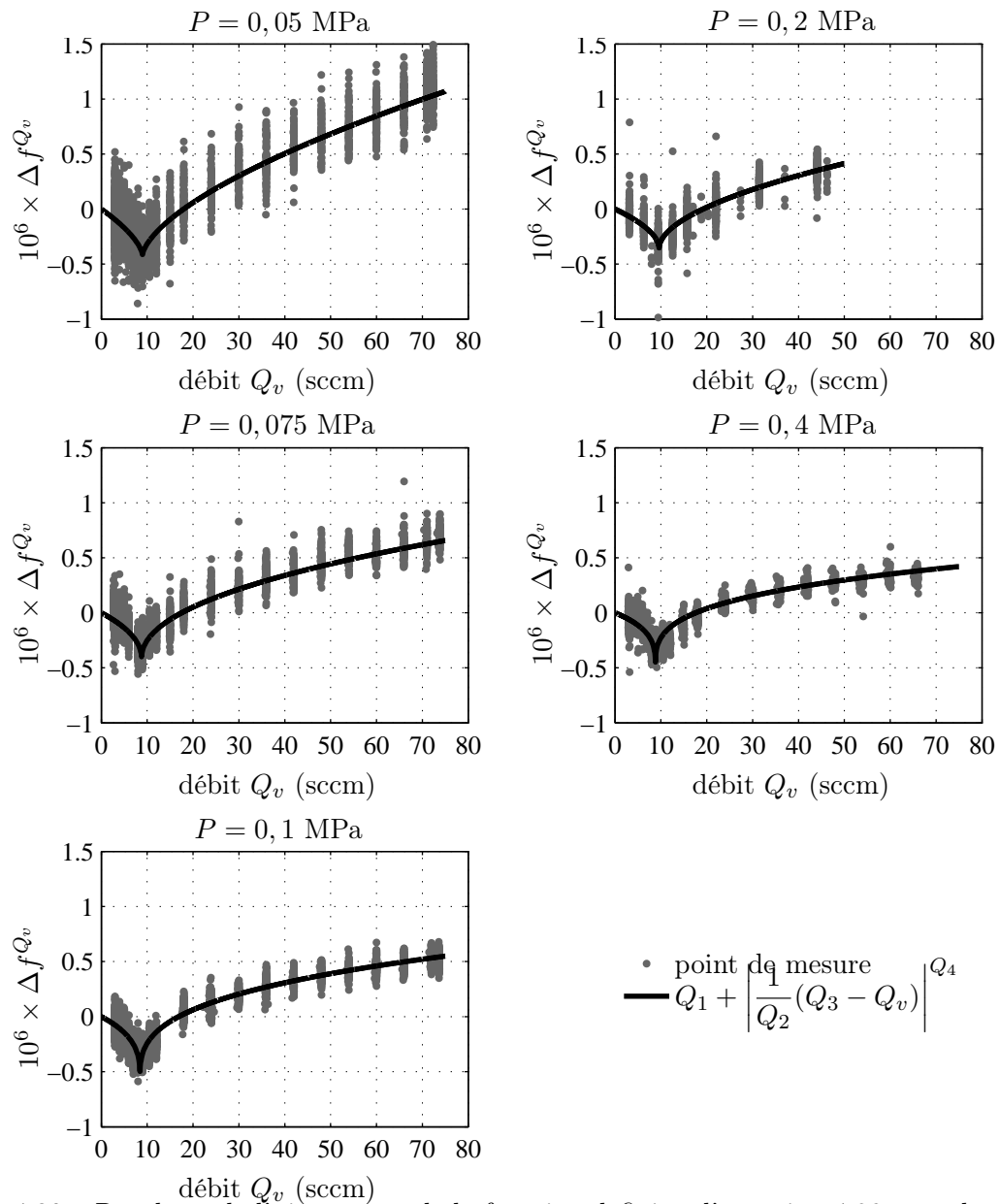


FIG. 4.30 – Résultats de l'ajustement de la fonction définie à l'équation 4.28, aux données provenant de l'étude de l'effet du débit pour P allant de 0,05 MPa à 0,4 MPa. Les traits pleins représentent la fonction ajustée.

4.5. CONTRÔLE DE LA PURETÉ DU GAZ PAR DÉBIT CONTINU

TAB. 4.8 – Paramètres d’ajustement de la fonction empirique définie à l’équation 4.28 : coefficients Q_1 , Q_2 , Q_3 , et Q_4 .

Pression statique P , MPa	Q_1	Q_2 (<i>sccm</i>)	Q_3 (<i>sccm</i>)	Q_4
0,05	-0,40(06)	35(4)	8,98 (26)	0,63 (08)
0,075	-0,39(10)	56(11)	8,76 (37)	0,46(09)
0,1	-0,51(13)	58(19)	7,81(23)	0,36(09)
0,2	-0,51(39)	40(57)	10,68(53)	0,27 (14)
0,4	-0,43(35)	84(81)	8,79(44)	0,30(21)

le décalage fréquentiel gardant la même amplitude relative lorsque la pression statique change.

4.6 Chaîne d'acquisition acoustique

4.6.1 Les transducteurs acoustiques

Deux microphones électrostatiques sont utilisés pour réaliser les mesures de la célérité des ondes acoustiques. La figure 4.32a montre un schéma représentant les différents éléments qui composent ce type de microphone. L'un des transducteurs acoustiques a pour fonction d'émettre le signal acoustique et l'autre de le recevoir. Le choix s'est porté sur des microphones 1/4" afin de minimiser les effets perturbateurs engendrés par leur présence en paroi du résonateur, présentés dans la section 2.4.1.

4.6.2 Réponse en fréquence des transducteurs acoustiques

La sensibilité de ce type de microphone est donnée pour $4,3 \text{ mV} \cdot \text{Pa}^{-1}$ dans l'air à 23°C et pour une pression ambiante de $100,2 \text{ kPa}$. Cependant, il peut être nécessaire de connaître cette sensibilité lorsque l'environnement de mesure est modifié. Guianvarc'h *et al.* a caractérisé théoriquement et expérimentalement la réponse en fréquence de ce type de transducteur acoustique dans de l'argon ainsi que de l'hélium à 273 K et pour des pressions statiques allant de 10 kPa à 600 kPa [52]. L'étude théorique est basée sur la modélisation du microphone électrostatique par Bruneau *et al.* [51]. La caractérisation expérimentale de la réponse en fréquence des microphones a été réalisée par la méthode dite de la grille d'entraînement. Cette méthode consiste, à l'aide d'une force électrostatique générés par une grille positionnée en vis-à-vis de la membrane du microphone, d'appliquer sur cette dernière, une pression équivalente.

La figure 4.31 montre un de ses résultats pour de l'argon.

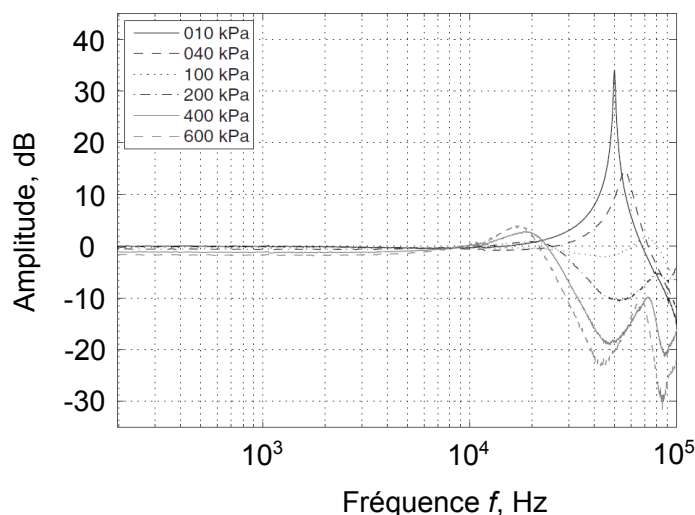


FIG. 4.31 – Réponse en fréquence d'un microphone Type 4938 sans la grille (B&K) dans de l'argon à $T = 273 \text{ K}$ et pour différentes pressions statiques (tiré de [52])

4.6.3 Positions des transducteurs acoustiques

Les deux microphones sont positionnés dans un bouchon en cuivre réalisé lors de la fabrication du résonateur, dont le logement cylindrique est adapté très finement au diamètre extérieur des transducteurs. Ainsi, l'espace entre les microphones et leur bouchon est minimisé rendant alors la jonction étanche. Une fois cet assemblage effectué, le bouchon est vissé sur la coque du résonateur en s'assurant que la membrane du transducteur soit à niveau avec la paroi interne du résonateur comme le montre la figure 4.32b. La forme externe conique du bouchon permet ce positionnement précis. De plus, lorsque les bouchons sont vissés, la jonction bouchon-coque du résonateur est également étanche.

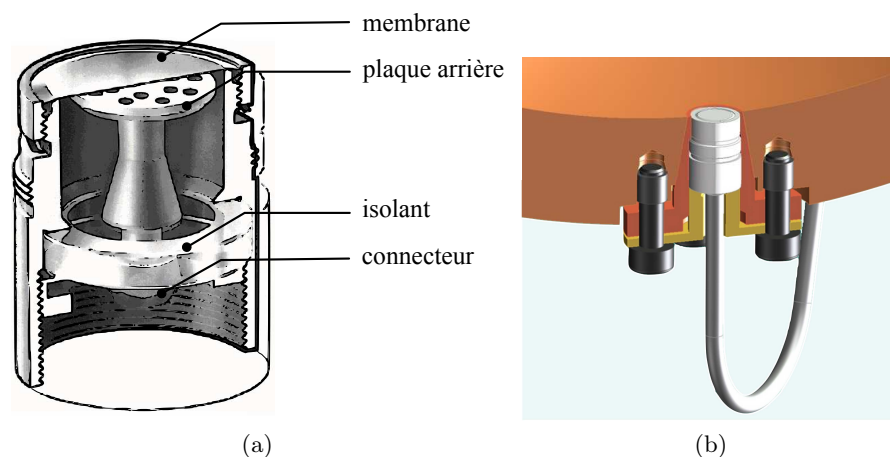


FIG. 4.32 – Dessins représentant (a) schématiquement les éléments de la capsule du transducteur utilisé et (b) sa position en paroi du résonateur.

La position angulaire des transducteurs a été optimisée afin de minimiser le couplage entre les modes (0,2) et (3,1), comme le recommande [30, 49]. Dans le cas d'un résonateur sphérique de rayon $a_{sphere} = 0,05$ m, à une pression statique $P = 0,1$ MPa dans de l'argon et à la température $T = 273,16$ K, les fréquences des modes de résonance acoustique (0,2) et (3,1) valent $f_{02} = 4403,3$ Hz et $f_{31} = 4423,6$ Hz. La figure 4.33 présente les champs de pression des modes (0,2) et (3,1), mettant en évidence les ventres et les nœuds de pression de chacun.

Ainsi, en positionnant l'un des deux transducteurs dans un des nœuds de pression créé lors de la mise en résonance du mode (3,1) dans la cavité, le couplage est minimisé, comme le montre les résultats des études théorique et expérimentale présentés à la figure 4.34. En se basant sur les recommandations de Mehl, et en positionnant l'émetteur au pôle de l'hémisphère sud, le récepteur a été positionné à la latitude $\theta_{tr} = 50,8^\circ$ [98]. Les mesures réalisées autour du mode (0,2) ne sont pas perturbées par le mode (3,1), comme le montre la figure 4.34.

Il est à noter que pour les mesures présentées dans cette étude, ces transducteurs ne sont pas utilisés avec les pré-amplificateurs proposés par le fabricant, montés directement à l'arrière de la capsule du microphone. En effet, ce type d'électronique peut être une source

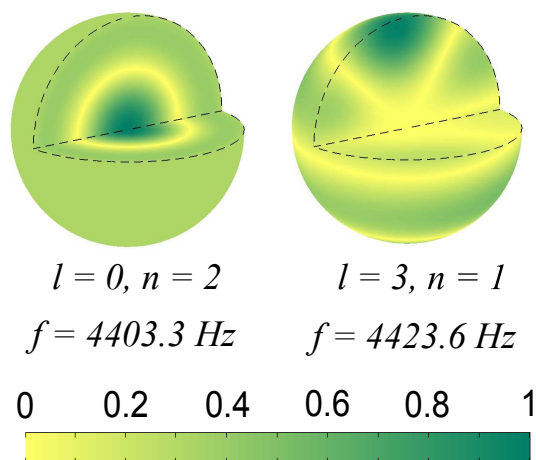


FIG. 4.33 – Coupes en 3 dimensions des champs de pression des modes (0,2) et (3,1).

de chaleur de l'ordre du mW, perturbant l'équilibre thermique de la coque du résonateur en y créant un gradient de température. Le système permettant la polarisation des membranes de chaque microphone est déporté et placé à l'extérieur du cryostat, comme le montre le schéma de la chaîne d'acquisition acoustique présenté à la figure 4.35. Il est constitué d'un montage électronique composé d'une résistance ($R_{montage} = 1 \text{ G}\Omega$) et d'une capacité en série ($C_{montage} = 12 \text{ pF}$), le tout alimenté à l'aide d'un générateur de tension continue.

4.6.4 Chaîne d'acquisition acoustique

Le montage permettant l'acquisition est décomposé en deux parties. La première partie de cette chaîne permet de générer un sinus glissant, d'une période de 60 secondes et contenant un trentaine de fréquences. Ces fréquences sont séparées par un pas non constant, ce pas étant plus fin autour de la fréquence de résonance théorique du mode étudié. Un sinus glissant dont la fréquence croît puis décroît est généré pour chaque mode afin d'annuler la dérive, supposée linéaire, de la température lors des 120 secondes de mesure ⁹.

Ce signal est alors émis par un générateur de fréquences (Stanford Research Systems DS335 ¹⁰) synchronisé sur une horloge atomique à rubidium (SRS SIM940). Le signal est ensuite amplifié par un gain de 20 via un amplificateur large bande (Krohn-Hite 7602M ¹¹). Le signal est ensuite additionné à une composante continue de 130 V, puis est appliqué aux bornes du microphone.

La seconde partie est celle qui réceptionne le signal. Ainsi, le signal en sortie du second microphone est tout d'abord filtré pour enlever sa composante continue. La tension alternative est ensuite amplifiée par un gain de 20 à l'aide d'un second amplificateur large bande (SRS 560 ⁶). Pour finir, le signal est analysé en phase et en quadrature de phase avec une détection synchrone (SRS 830 ⁶).

Le générateur de fréquence ainsi que la détection synchrone sont pilotés par des programmes

⁹Le moyennage à chaque fréquence des deux points obtenus constitue la courbe finale de résonance.

¹⁰Site internet de Stanford Research Systems : www.thinksrs.com

¹¹Site internet de Krohn-Hite : www.krohn-hite.com

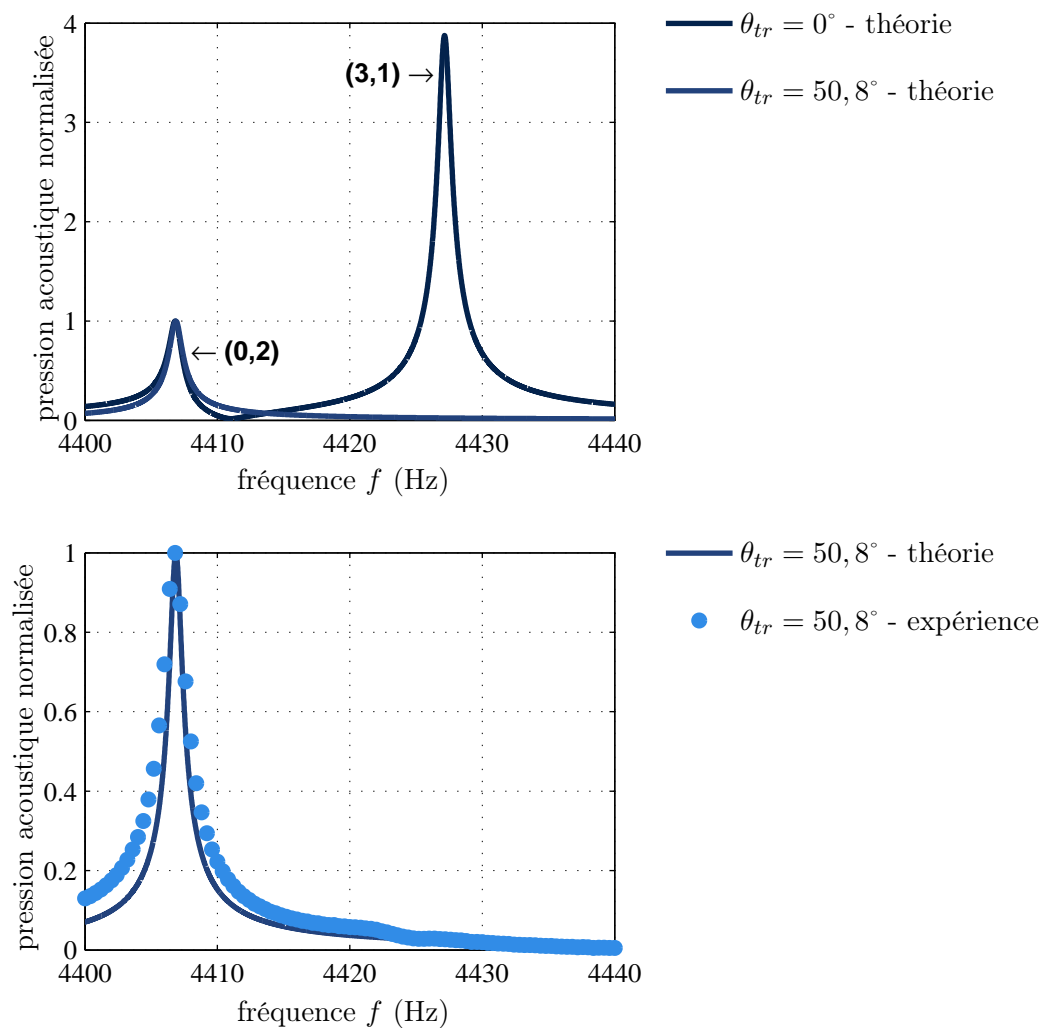


FIG. 4.34 – Réponses en fréquence entre 4400 Hz et 4440 Hz de BCU3 : (en haut) études théoriques lorsque les transducteurs sont positionnés en vis à vis aux pôles des hémisphères, lorsqu'un des transducteur est placé dans un nœud de pression du mode (3,1). (en bas) comparaison de la réponse en fréquence théorique et celle expérimentale reprenant la préconisation de [98].

4.6. CHAÎNE D'ACQUISITION ACOUSTIQUE

développés au LCM/LNE-CNAM à l'aide du logiciel LabVIEW ¹², via le bus de communication IEEE-488 (ou General Purpose Interface Bus - GPIB) d'un ordinateur.

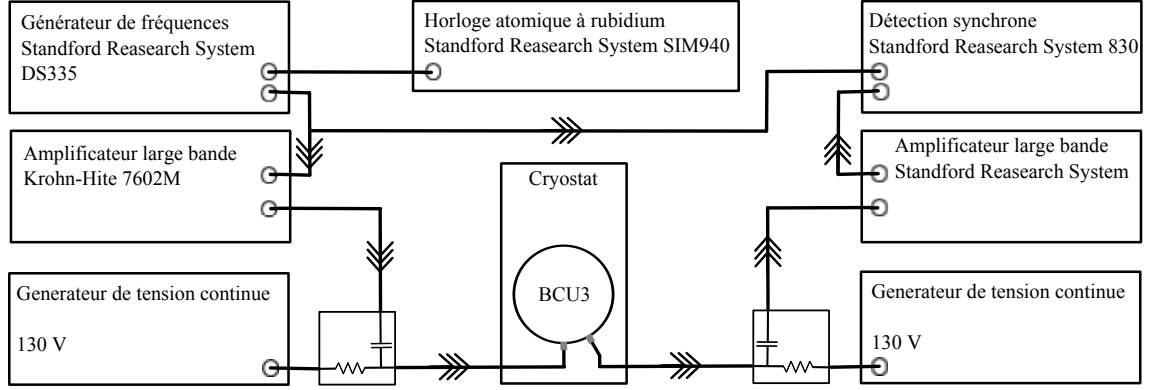


FIG. 4.35 – Diagramme sous forme de blocs des différents éléments qui composent la chaîne d'acquisition des mesures acoustiques

4.6.5 Méthode de détermination des fréquences de résonance acoustique de la cavité

Une fois le milieu de propagation des ondes stabilisé en température et pression, l'étape qui suit est la mesure des fréquences des modes acoustiques étudiés à T et P . L'excitation du résonateur étant réalisée à fréquences f discrètes, il n'est pas possible d'accéder directement lors de l'expérience à ces valeurs.

Ainsi, les fréquences de résonance sont déterminées en ajustant une fonction Lorentzienne complexe aux données de mesure provenant de la mise en résonance de la cavité. Deux des paramètres libres de cette fonction sont des constantes fréquentielles f_{0n}^{exp} et g_{0n}^{exp} correspondant respectivement à la fréquence de résonance expérimentale et à la largeur à mi-hauteur du pic de résonance. Lorsque le facteur de qualité Q est très supérieur à 1, les signaux en phase $X(f)$ ainsi qu'en quadrature de phase $Y(f)$ en sortie du récepteur et dans le domaine fréquentiel, peuvent être très bien approximés à l'aide d'une fonction lorentzienne complexe $V(f)$, définie de la manière suivante

$$V(f) \equiv X(f) + iY(f) = \frac{iAf}{(f^2 - F_{0n}^2)} + B + C(f - f_{0n}^{exp}) + D(f - f_{0n}^{exp})^2, \quad (4.29)$$

où A , B , C et D sont des constantes complexes, et où

$$F_{0n} = f_{0n}^{exp} + ig_{0n}^{exp}. \quad (4.30)$$

Pour les cas où il est considéré que la largeur à mi-hauteur g_{0n}^{exp} a une dépendance fréquentielle significative, comme c'est le cas pour les résonateurs de faible facteur de qualité Q [99, 100], le paramètre F_{0n} est alors estimé comme suit

$$F'_{0n} = f_{0n}^{exp} + ig_{0n}^{exp} \times \sqrt{f_{0n}^{exp}/f} \quad (4.31)$$

¹²Site internet de National Instruments : www.ni.com.

Dans un résonateur sphérique, le facteur de qualité est majoritairement lié aux dissipations énergétiques dues aux effets thermiques en paroi ainsi qu'à la dissipation énergétique dans le volume. D'autre part, ils sont fonctions de la fréquence (voir sections 2.2 et 2.3). Le facteur Q peut alors être estimé ainsi [101]

$$Q \equiv \frac{f_{0n}}{2 \times g_{0n}} \quad (4.32)$$

L'effet de Q sur l'estimation de f_{0n}^{exp} a été étudié, et à l'ordre le plus bas, l'erreur de mesure est égale à $1/8 \times Q^{-2}$ [99, 100]. Ainsi, lorsque $Q \approx 350$, un décalage relatif de 1×10^{-6} peut être observé sur l'estimation du paramètre libre f_{0n}^{exp} [36].

Dans le cas du résonateur sphérique de rayon $a = 0,05$ m, et pour de l'argon, la figure 4.36 présente les facteurs de qualité en fonction de la pression sous forme d'une aire, prenant ainsi en compte la dépendance fréquentielle de Q .

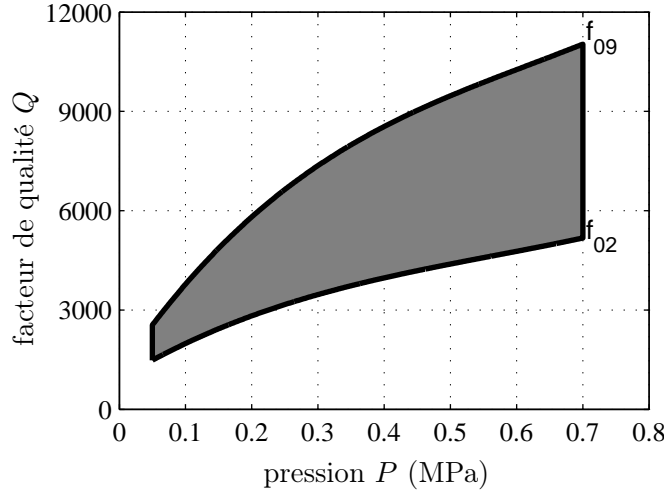


FIG. 4.36 – Représentation sous forme d'une aire, de l'estimation du facteur de qualité Q en fonction de la pression statique. La dépendance fréquentielle de Q est délimitée par la courbe inférieure, correspondant au mode (0,2), et par la courbe supérieure, correspondant au mode (0,9).

Pour les valeurs du coefficient de qualité présentées à la figure 4.36, le décalage sur la détermination de f_{0n}^{exp} est donné à la figure 4.37.

D'après les figures 4.36 et 4.37, l'erreur d'estimation de f_{0n}^{exp} en utilisant l'équation (4.30) serait inférieure à 60×10^{-9} . De plus, l'utilité de prendre en compte cette dépendance du paramètre g_{0n}^{exp} dans le cas de résonateurs sphériques a été infirmée dans [32].

La figure 4.38 présente l'étape d'ajustement pour la détermination de la fréquence du mode (0,3), à $T = 273,16$ K et à $P = 0,2$ MPa, ainsi que les résidus sur les composantes $X(f)$ et $Y(f)$. L'incertitude relative obtenue sur f_{0n}^{exp} est inférieure à $0,1 \times 10^{-6}$.

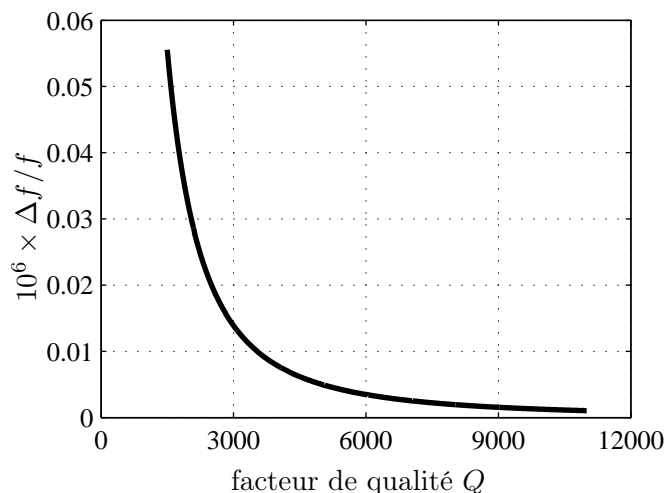


FIG. 4.37 – Estimation du décalage fréquentiel en fonction du facteur de qualité Q si celui-ci n'est pas pris en compte dans l'équation 4.29

4.7 Chaîne d'acquisition électromagnétique

La chaîne d'acquisition des mesures électromagnétiques est composée d'un seul instrument servant à la fois de générateur et d'analyseur de réseau (Agilent Technologies E5071C ENA ¹³), synchronisé lui aussi sur la même horloge atomique à rubidium (stabilité du temps supérieure à 5×10^{-9} sur 20 ans) utilisée dans la chaîne d'acquisition acoustique afin d'avoir la même référence temporelle.

Les ondes électromagnétiques sont émises et reçues via deux antennes. La figure 4.40 présente la chaîne d'acquisition des mesures électromagnétiques. Pour chaque mode étudié, un sinus glissant comprenant 400 fréquences séparées par un pas constant est généré.

Les antennes micro-ondes sont réalisées à l'aide de câbles coaxiaux UT-085-SP, composé d'une gaine cuivrée plaquée argent d'épaisseur 0,27 mm, et d'une âme de diamètre égal à 0,51 mm. Un matériau isolant d'épaisseur 0,58 mm sépare l'âme de la gaine, le tout ayant un diamètre de 2,2 mm. Deux types d'antenne ont été fabriquées au LCM/LNE-CNAM afin d'exciter les modes électromagnétiques TE et TM. Comme le montre les figures 4.39a et 4.39b, le câble a soit été simplement dénudé, laissant ainsi son âme droite sur 3 mm (figure 4.39a), ou, celle-ci a également été enroulée de façon à fabriquer une bobine de quelques boucles¹⁴ (figure 4.39b).

Pour ce projet, la réponse en fréquence (à l'émission et la réception) de ce genre d'antenne n'a pas été caractérisée : sur la bande fréquentielle d'étude (2 000 MHz à 16 000 MHz), la réponse a été supposée constante.

D'autre part, les antennes, via leur câble coaxial, sont directement reliées au générateur de fréquence ainsi qu'à l'analyseur de réseau.

L'antenne est ensuite insérée dans le bouchon en cuivre qui lui est dédié, puis soudée sur la partie extérieure du bouchon. L'espace entre l'âme dénudée et le bouchon est alors comblé

¹³Site internet d'Agilent Technologies : www.home.agilent.com.

¹⁴En pratique, cette antenne n'est constituée que de deux boucles

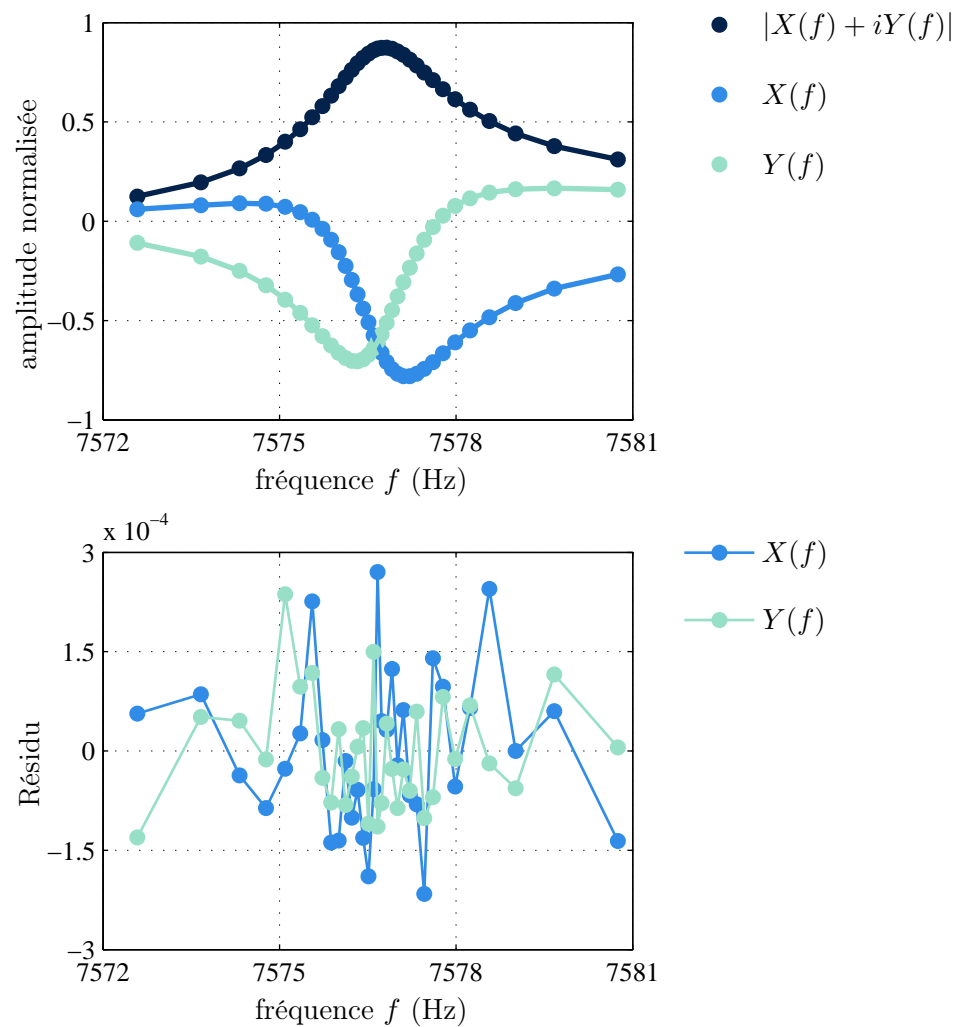


FIG. 4.38 – (haut) Ajustement des courbes de résonance pour le mode (0,3) à $T = 273,16$ K et à $P = 0,2$ MPa. (bas) Résidu

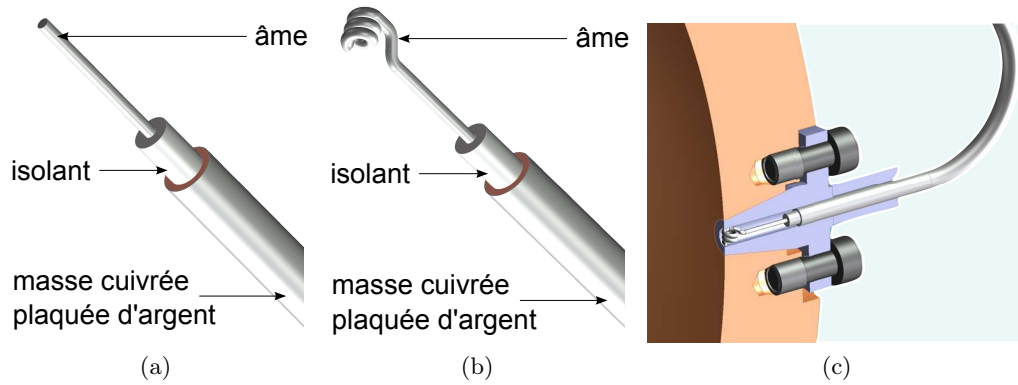


FIG. 4.39 – Dessins représentant (a) schématiquement une antenne micro-onde *droite*, une antenne micro-onde *bobine* et (c) leur position en paroi du résonateur.

avec de la colle d'époxy en alignant au préalable l'extrémité de l'antenne avec le bord interne du bouchon. Cette colle à l'avantage d'être perméable aux ondes électromagnétiques tout en minimisant les perturbations sur les ondes acoustiques. De plus, lorsqu'elle est sèche, cette colle ne dégage pas. Une fois l'extrémité de l'antenne alignée avec le bord du bouchon qui lui est dédié, celui-ci est placé en paroi du résonateur comme le montre la figure 4.39c.

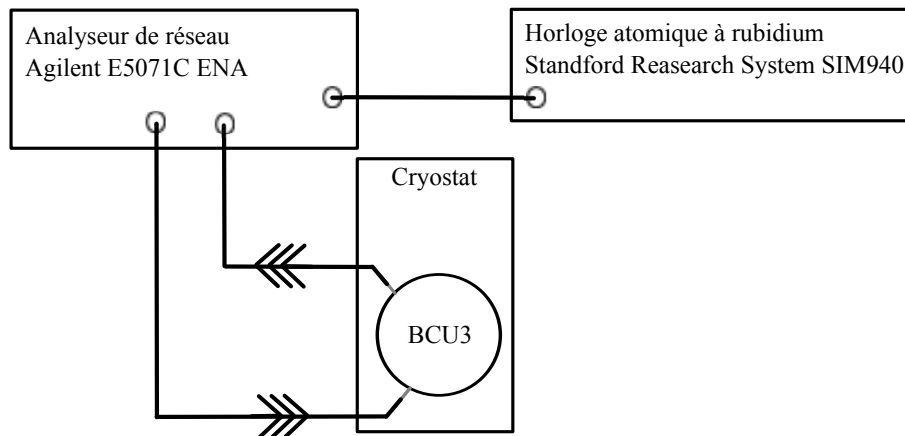


FIG. 4.40 – Diagramme sous forme de blocs des différents éléments qui composent la chaîne d'acquisition des mesures électromagnétiques.

La détermination des fréquences des pics de résonance est effectuée de manière similaire à celle présentées dans la section 4.6.5 ; seule la fonction d'ajustement diffère. Ainsi, une seconde fonction comprenant trois fonctions lorentzienne centrée sur les fréquences complexes $F_{1nx} = f_{1nx}^\sigma + ig_{1nx}^\sigma$, $F_{1ny} = f_{1ny}^\sigma + ig_{1ny}^\sigma$ et $F_{1nz} = f_{1nz}^\sigma + ig_{1nz}^\sigma$ est définie de la manière suivante

$$W(f) = \frac{iA_x}{f^2 - F_{1nx}^\sigma} f + \frac{iA_y}{f^2 - F_{1ny}^\sigma} f + \frac{iA_z}{f^2 - F_{1nz}^\sigma} f + B + C(f - f_{1nx}^\sigma) + D(f - f_{1nx}^\sigma)^2, \quad (4.33)$$

où $A_{x,y,z}$, B , C et D sont des constantes complexes. Comme précédemment, les coefficients B , C ainsi que D permettent de prendre en compte de la dissymétrie des courbes de résonances provenant de l'interaction du mode étudié avec ceux présents de part et d'autre de ces valeurs propres. La figure 4.41 présente un exemple de l'étape d'ajustement pour la détermination des fréquences du mode électromagnétique TM11, à $T = 273,16$ K et à $P = 0,2$ MPa, ainsi que les résidus sur les composantes $X(f)$ et $Y(f)$. L'incertitude relative obtenue sur les fréquences de résonances $f_{1nx,y,z}^\sigma$ est inférieure à $0,05 \times 10^{-6}$.

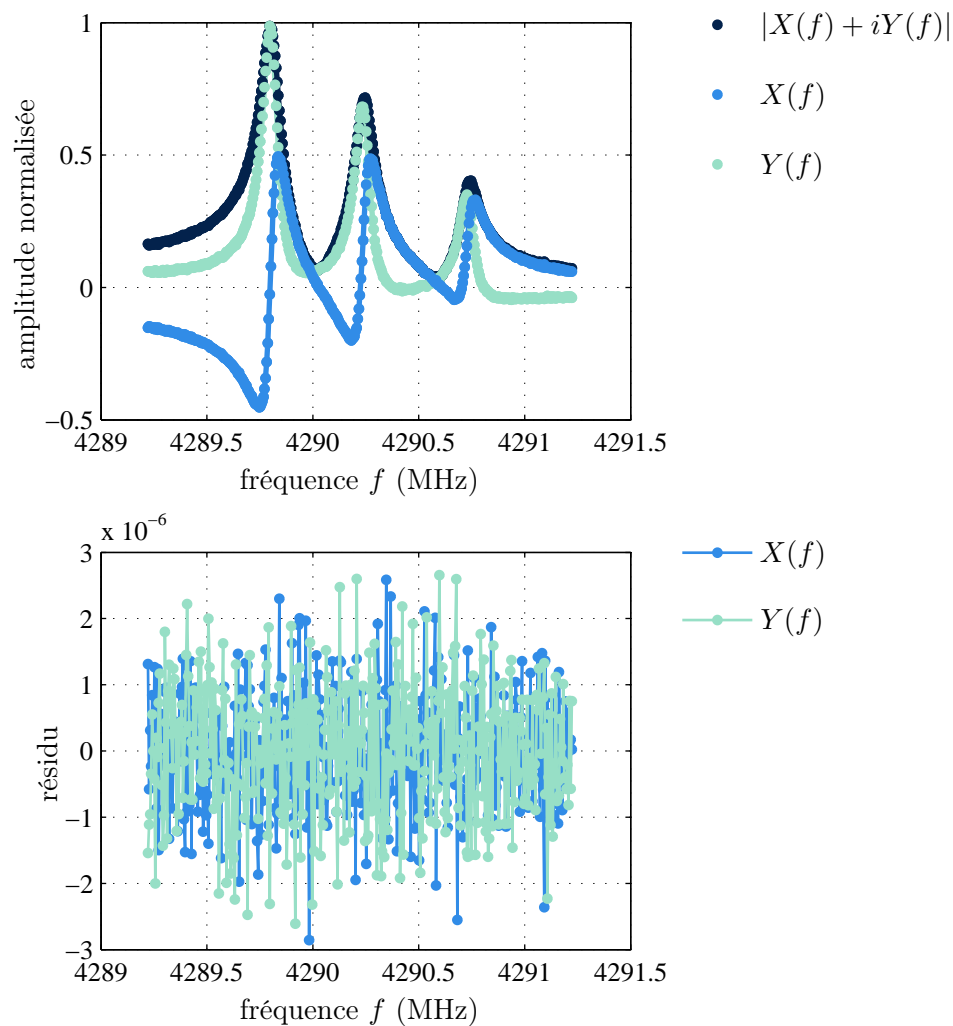


FIG. 4.41 – (haut) Ajustement des courbes de résonance pour le mode TM11 à $T = 273,16$ K et à $P = 0,2$ MPa. (bas) Résidu

4.8 Conclusion

Les différents équipements, instruments et capteurs utilisés pour le contrôle des paramètres environnementaux de mesure ont été présentés dans ce chapitre. Au total, l'expérience présentée dans cette étude est composée de cinq chaînes d'acquisition de données :

- de température ;
- de pression ;
- de débit volumique ;
- acoustique ;
- électromagnétique.

L'ensemble des chaînes est automatisé ainsi que piloté par des programmes propres, développés avec le logiciel LabVIEW, via le bus de communication IEEE-48 d'ordinateurs.

De plus, l'évolution technologique a ainsi permis de réaliser des avancées non négligeables permettant d'améliorer le système présenté dans ce chapitre.

Dans la section 4.5.2, un effet systématique lié au débit continu de gaz sur la mesure des fréquences de résonance a été mis en évidence. Cette observation a également été effectuée lors d'une expérience indépendante [102]. Une fonction empirique a été définie à partir d'études expérimentales dans le but de corriger cet effet (équation (4.28)).

4.8. CONCLUSION

Troisième partie

Analyse des données obtenues à
 $T = 273,16 \text{ K}$; détermination de la
constante de Boltzmann

Au lieu de ce grand nombre de préceptes dont la logique est composée, je crus que j'aurais assez des quatre suivants, pourvu que je prisse une ferme et constante résolution de ne manquer pas une seule fois à les observer. Le premier était de ne recevoir jamais aucune chose pour vraie que je ne la connusse évidemment être telle : c'est à dire d'éviter soigneusement la précipitation et la prévention, et de ne comprendre rien de plus en mes jugements que ce qui se présenterait si clairement et si distinctement à mon esprit que je n'eusse aucune occasion de le mettre en doute. Le second, de diviser chacune de mes difficultés que j'examinerais en autant de parcelles qu'il se pourrait, et qu'il serait requis pour les mieux résoudre. Le troisième, de conduire par ordre mes pensées, en commençant par les objets les plus simples et les plus aisés à connaître, pour monter peu à peu comme par degrés jusques à la connaissance des plus composés : et supposant même de l'ordre entre ceux qui ne se précèdent point naturellement les uns les autres. Et le dernier, de faire partout des dénombrements si entiers et des revues si générales que je fusse assuré de ne rien omettre.

René Descartes,

Discours de la méthode, pour bien conduire sa raison, et chercher la vérité dans les sciences (1637).



Chapitre 5

Application du modèle acoustique et estimation de u_{0n}^2 à pression nulle

5.1 Introduction

L'objet de ce chapitre est de présenter les étapes nécessaires aux traitements des données expérimentales. L'estimation de la vitesse du son $u(T_{PTE}, 0)$ sans biais et via la méthode décrite dans la partie II nécessite la prise en compte des effets perturbateurs présentés dans le chapitre 2 et dans la section 4.5.2.

Le modèle présenté dans la première section permet de calculer les Δf_{0n} et g_{0n} pour l'argon, à une température proche de $T = 273,16$ K, pour des pressions P allant de 0,05 MPa à 0,7 MPa et pour des débits volumiques Q_v compris entre 3 sccm et 70 sccm.

La seconde section traite de la comparaison entre les largeurs à mi-hauteur mesurées lors des isothermes et celles estimées aux températures et pressions correspondantes; cette comparaison permettant une évaluation qualitative du modèle acoustique.

Enfin, la dernière section de ce chapitre présente l'estimation de u_{0n}^2 à pression nulle, dernière étape avant la détermination de la constante de Boltzmann.

5.2 Estimation des corrections

L'estimation des effets perturbateurs intervenants lors des mesures de u se fait en plusieurs étapes. En effet, parmi ces effets, certains peuvent être connus directement à l'aide des formules analytiques données dans le chapitre 2, mais pour d'autres leurs effets ne peuvent être corrigés qu'à partir d'une connaissance des données acoustiques expérimentales. Il s'agit de l'effet lié au saut de température, décrit dans la section 2.2.2, et celui lié aux vibrations de la coque et qui est traité dans la section 2.6.

Ainsi, la première étape du traitement des données consiste à corriger les fréquences de résonances par celles qui peuvent être estimées théoriquement. Ensuite, à partir de ces nouvelles données, les deux derniers effets sont alors corrigés.

5.2.1 Étape 1 : calcul de Δf_{0n} par les formules analytiques

Les effets pris en compte lors de cette étape sont répertoriés dans le tableau 5.1.

TAB. 5.1 – Tableau récapitulatif des effets qui sont estimés lors de la première étape consistant à corriger les données acoustiques expérimentales

Effet	section	équation	$10^6 \times \Delta f_{0n}/f_{0n}$
Couche limite thermique	(2.2.1)	2.3	-350 à -30
Transducteurs acoustiques	(2.4.1)	2.17	-4,5 à -0,5
Tubes d'arrivée et de sortie du gaz	(2.4.2)	2.18	-1 à 1
Forme tri-ellipsoïdale	(2.5)	2.32	0,5 à 18
Débit continu de gaz	(4.5.2)	4.28	-1 à 2

Les amplitudes des cinq effets sont calculés puis sommés. Le tableau 5.1 présente les ordres de grandeur minimal et maximal des corrections, en valeur relative, pour la gamme fréquentielle d'étude, allant du mode (0,2) au mode (0,9), et pour l'ensemble des pressions. Ensuite, ces données corrigées sont normalisées à la température du point triple de l'eau T_{PTE} à l'aide de l'équation (4.5).

Les largeurs à mi-hauteur sont abordées dans la section 5.3.

À cette étape de l'analyse, cet ensemble de données corrigées va être utilisé dans le but de déterminer les deux corrections manquantes, étant dépendantes des paramètres expérimentaux.

5.2.2 Étape 2 : estimation de la valeur du coefficient d'accommodation thermique et de la correction liée aux vibrations de la coque

i) Le coefficient d'accommodation thermique

La section 2.2.2 présente l'effet du saut de température en paroi. Cet effet est présent sur toute la gamme de pression d'étude, mais est surtout influent en dessous de 0,1 MPa où il décale la fréquence de résonance de $0,2 \times 10^{-6} < \Delta f^{p'}/f_{0n} < 2 \times 10^{-6}$. Cet effet est notamment fonction du coefficient d'accommodation thermique h , donnée accessible uniquement expérimentalement.

Deux hypothèses vont alors permettre de mesurer ce coefficient. La première hypothèse est de supposer qu'il s'agit de l'unique effet ayant une dépendance en pression statique en P^{-1} . L'équation du viriel acoustique n'ayant pas de terme en P^{-1} , h peut être défini comme un paramètre libre d'une fonction cherchant à approcher au mieux les valeurs de u_{0n}^2 obtenues à l'étape précédente.

Pour étudier l'influence de cette fonction, de construction similaire à l'équation du viriel, deux configurations ont été comparées. Le degré de la fonction polynomiale d'ajustement est lié à la limite haute de la pression statique P d'étude. Pour cette étude, cette limite est atteinte à $P = 0,7$ MPa. Le degré maximum choisi est le troisième car, afin d'ajuster au mieux les données, le polynôme de degré 2 n'aurait alors pas été adapté à cette étude compte tenu de cette limite haute. En effet, à $P = 0,7$ MPa, la contribution relative du coefficient A_3 sur le calcul de $u_{0n}^2(T_{PTE}, P)$ est d'environ 5×10^{-6} , même si à 0,2 MPa, elle n'est plus que de $0,1 \times 10^{-6}$.

Le tableau 5.2 répertorie les définitions des deux fonctions d'ajustement.

TAB. 5.2 – Définitions des deux fonctions polynomiales utilisées pour ajuster les données $u_{0n}^2(T_{PTE}, P)$

	définition
fonction 1	$F_1(P) = A_{-1}P^{-1} + A_0 + A_1P + A_2P^2 + 1,20P^3$
fonction 2	$F_2(P) = A_{-1}P^{-1} + A_0 + A_1P + A_2P^2 + A_3P^3$

Les coefficients A_0 , A_1 , A_2 et A_{-1} des fonctions $F_1(P)$ et $F_2(P)$ sont les paramètres libres à ajuster. La valeur du coefficient A_3 est, quant à elle, soit libre afin d'étudier son influence sur l'ajustement des données expérimentale soit fixée à partir d'études antérieures : $A_3 = 1,20 \times 10^{-18} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-2} \cdot \text{Pa}^{-3}$ [103, 30].

Une fois l'ajustement réalisé en utilisant la méthode des moindres carrés linéaires, et par identification de terme avec les équations 2.7 et 2.10, l'égalité suivante peut être posée

$$\frac{A_{-1}}{2A_0} = \frac{(\gamma - 1)}{a} \times \lambda \sqrt{\frac{\pi M T_{PTE}}{2R}} \left(\frac{2 - h}{2h} \right). \quad (5.1)$$

Il vient alors

$$h = \frac{2C}{\frac{A_{-1}}{A_0} + C}, \quad (5.2)$$

5.2. ESTIMATION DES CORRECTIONS

en posant

$$C = 2 \frac{\gamma - 1}{a} \lambda \sqrt{\frac{\pi M T_{PTE}}{2R}}. \quad (5.3)$$

La seconde hypothèse est que cet effet à la même valeur de h pour chaque mode. Cependant, afin de ne pas être influencé par la mise en vibration de la coque pour les fréquences proches du mode (0,5), h est calculé en réalisant un moyennage sur uniquement les trois premiers modes de résonance étudiés ((0,2) à (0,4)). Les ajustements des données obtenues pour les modes (0,5), (0,8) et (0,9) compensent à cette étape de l'analyse la non-corrrection des effets de vibration de la coque sur les mesures, l'estimation du coefficient A_{-1} pour ces trois modes va alors être biaisée.

Le tableau 5.3 présente les valeurs moyennes de h obtenues à l'aide des fonctions définies dans le tableau 5.2.

TAB. 5.3 – Tableau présentant les valeurs du coefficient d'accommodation thermique h calculé à l'aide des fonctions définies dans le tableau 5.2, après moyennage sur les modes (0,2), (0,3) et (0,4), des deux isothermes réalisées au LCM/LNE-CNAM

Isotherme	fonction 1	fonction 2
N°1	0,756(026)	0,806(042)
N°2	0,781(028)	0,837(023)

Indépendamment du choix de la fonction, il est possible d'observer une augmentation de l'ordre de 4% sur les valeurs de h entre la première et la seconde isotherme. Cette observation a été faite également auparavant dans une expérience similaire et indépendante, effectuée au NPL [31]; la phase expérimentale avait duré cinq mois et l'écart était alors de l'ordre de 10%.

Cette différence peut s'expliquer par une modification des conditions d'échange énergétique entre les particules du gaz et celles de la paroi du résonateur qui peuvent varier au cours du temps. En effet, le phénomène de sorption des molécules d'eau par la surface interne du résonateur modifie le nombre de couches moléculaires sur celle-ci, et donc, l'accommodation thermique entre le gaz et la paroi.

ii) Vibrations de la coque

Le décalage fréquentiel qu'engendre les vibrations de la coque dû au couplage fluide-structure est abordé théoriquement dans la section 2.6. Le modèle analytique qui permet d'estimer cet effet donne une approximation très simplifiée de la forme de la coque du résonateur réel, en la considérant homogène et d'épaisseur constante. Or, dans celle-ci se trouvent divers transducteurs (microphones, thermomètres, antennes micro-ondes) logés pour certains dans des compartiments se trouvant sur sa périphérie. De plus, au niveau de son équateur, l'épaisseur de la coque est plus importante afin de fixer les deux hémisphères ensemble (une description plus précise du résonateur est donnée dans la section 3.3).

Le modèle présenté dans la section 2.6 est en accord avec la correction de l'effet des vibrations de la coque sur les mesures des fréquences de résonance des modes radiaux pour le résonateur décrit dans [30]. Par contre, pour d'autres résonateurs ([63], [31]) ainsi que celui de cette étude, la fréquence du mode de respiration de coque ne peut être estimée correctement.

Une étude expérimentale visant à caractériser les modes de vibration de la coque du résonateur a permis de comparer ce modèle au cas réel [104]. La figure 5.1 présente les réponses en fréquence des coques de deux résonateurs de volume interne de 0,5 L et d'épaisseur $e = 0,01$ m :

- LCU, qui est l'objet principal d'étude de [104] ;
- BCU3, le résonateur utilisé pour les mesures présentées dans cette étude.

Ces réponses impulsionnelles ont été mesurées à l'aide d'accéléromètres positionnés à divers endroits sur la coque. Trois accéléromètres ont été utilisés pour LCU et deux pour BCU3 [105]. Pour les deux résonateurs, cette discrétisation spatiale n'est pas suffisante pour une étude approfondie des vibrations de leur coque, le risque de positionner les accéléromètres dans un nœud de vibration n'étant pas négligeable. Les différences entre les spectres obtenus proviennent majoritairement de cette configuration expérimentale. Cependant cette étude permet de donner un aperçu de la richesse harmonique (et de la complexité) de leur réponse fréquentielle.

La conclusion de l'étude [104] est que la forme de la coque a un impact non négligeable sur la fréquence "du" mode de respiration. De plus, l'asymétrie que sa forme présente favoriserait une dégénérescence de ce mode de structure. Ainsi trois fréquences de résonance ont pu être associées à des vibrations d'un mode de respiration, sur une bande fréquentielle de 2000 Hz, centrée à 18700 Hz ; l'identification de pics de résonance comme étant ceux de modes de respiration ayant été possible en utilisant le logiciel d'analyse modale *MODAN*, développé au laboratoire FEMTO-ST de l'Université de Franche-Comté (Besançon) [106].

La figure 5.2 présente l'évolution des largeurs à mi-hauteur pour les modes d'étude, lorsque la température de l'argon a été diminuée de 12°C à -4°C, changeant alors la vitesse du son u et donc les fréquences de résonance. La gamme fréquentielle d'étude est représentée par les traits pleins rouge sur le graphique du bas de la figure 5.1. Il est possible de voir que, malgré la présence de modes de structure dans cette gamme de fréquence, les variations des largeurs à mi-hauteur sont dues aux variations de la température et non à une excitation de ceux-ci. Cette expérience complémentaire permet d'affirmer que les modes acoustiques radiaux n'excitent pas d'autres modes de structure en dehors du mode de respiration de la

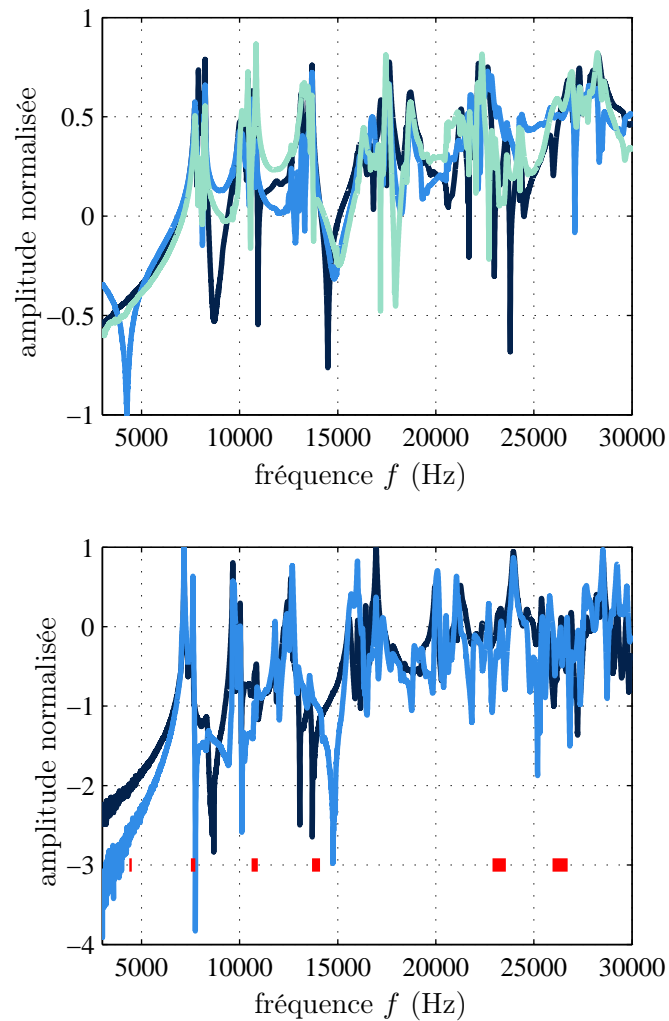


FIG. 5.1 – Réponse en fréquence entre 3000 et 30000 Hz dans l'air à pression ambiante et à $T = 20^\circ\text{C}$, (en haut) de la coque du résonateur LCU pour un seul et unique impact et caractérisée par trois accéléromètres [104] (en bas) de la coque du résonateur BCU3 pour un seul et unique impact et caractérisée par deux accéléromètres [105]

coque.

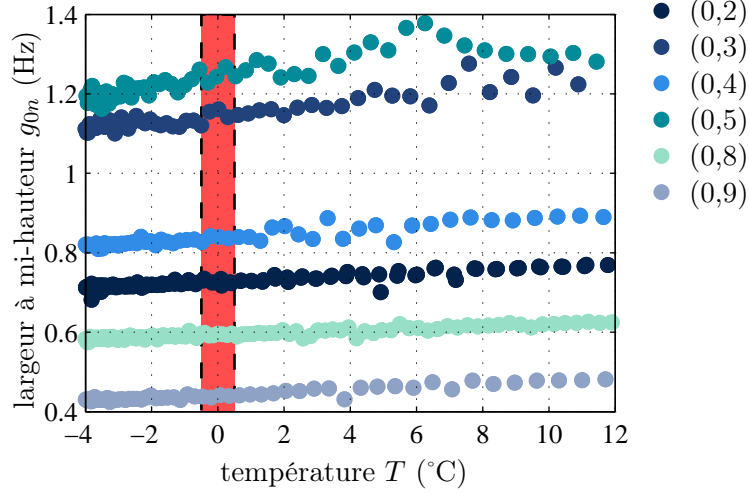


FIG. 5.2 – Évolution des largeurs à mi-hauteur expérimentales pour les modes (0,n) étudiés lors d’une descente en température de 12 °C à -4 °C. La zone de mesure en température pour la détermination de k_B est délimitée par l’aire orange.

Comme précédemment, la procédure de correction de l’effet consiste alors à effectuer une identification de terme entre la formule analytique permettant son estimation et les fonctions polynomiales d’ajustement définies dans le tableau 5.2. Pour rappel, l’équation (2.35) fait apparaître la dépendance en P de cet effet. Dans ce cas, il s’agit du second coefficient du viriel qui est majoritairement influencé par les vibrations de la coque (et donc le coefficient A_1 des fonctions d’ajustement).

Après correction de l’effet lié au saut de température en paroi et ajustement des données par les fonctions définies dans le tableau 5.2 (sans le terme en P^{-1}), le second coefficient du viriel β_1 est défini en fonction des coefficients A_0 et A_1 , de la manière suivante

$$\beta_1 = RT_{PTE} \frac{A_1}{A_0}. \quad (5.4)$$

La figure 5.3 présente les valeurs de β_1 obtenues avec $F_1(P)$, en fonction de la fréquence de résonance des modes (0,n) étudiés pour chaque isotherme. Il est possible de voir clairement la dépendance de β_1 en fonction de la fréquence lorsque celle-ci se rapproche de la fréquence théorique du mode de respiration.

Par identification de terme avec l’équation qui permet d’estimer Δf_{0n}^{coque} , une fonction d’ajustement des coefficients β est définie comme suit

$$\beta_{ajustement}(f) = \beta_{a1} + \frac{\beta_{a2}}{1 - (f/\beta_{a3})^2} \quad (5.5)$$

où $\beta_{a1} \equiv \beta_1$, $\beta_{a2} \equiv RT_{PTE}\kappa$ et $\beta_{a3} \equiv f_{coque}$.

Pour chaque couple de coefficients A_1 , A_0 obtenus après ajustements aux données expérimentales, les paramètres κ et f_{coque} de l’équation (5.5) sont déterminés.

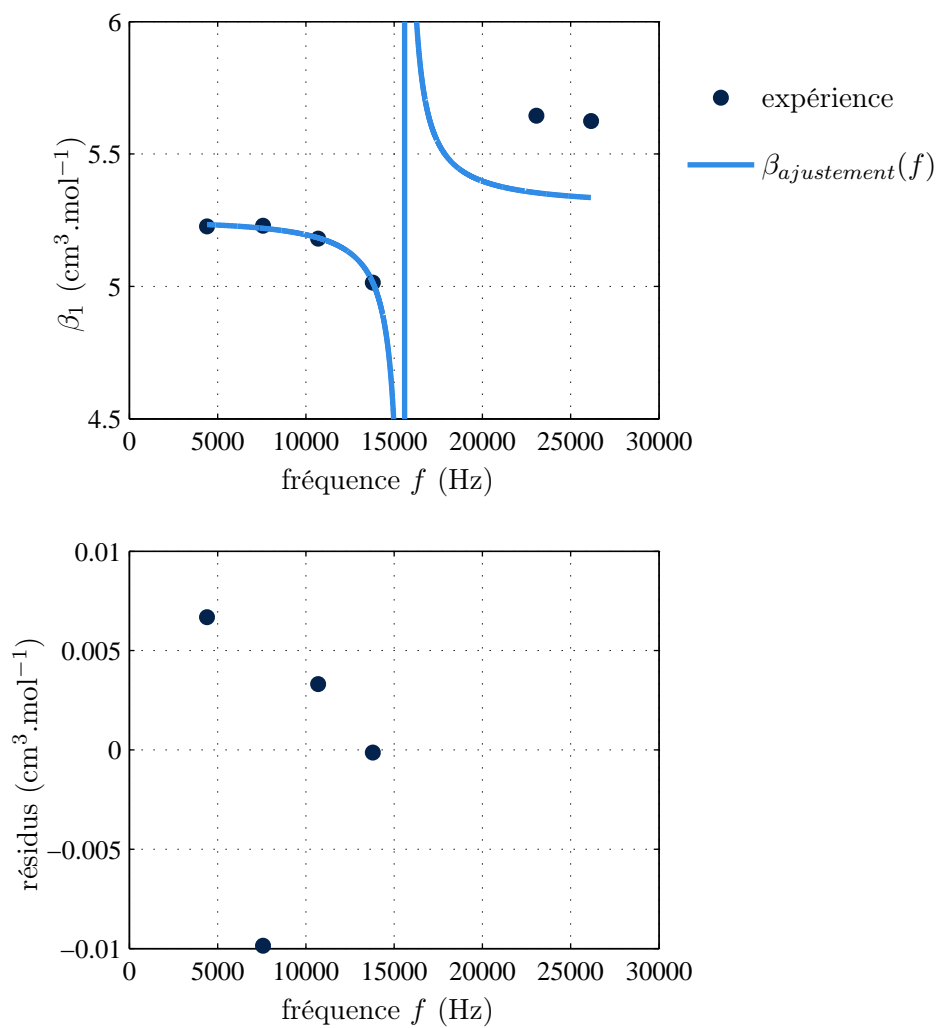


FIG. 5.3 – Seconds coefficients du viriel acoustique β_1 pour les différents modes $(0,n)$ d'étude. (en haut) Ajustement des données expérimentales par la fonction $\beta_{ajustement}(f)$ pour les quatre premiers modes. (en bas) Résidus

5.2. ESTIMATION DES CORRECTIONS

Seules les valeurs de β_1 des modes (0,2) à (0,5) sont retenues pour l'ajustement de la fonction $\beta_{ajustement}(f)$ aux données expérimentales; leur fréquence étant inférieure à celle(s) du(des) mode(s) de coque expérimental(aux). En effet, la fonction d'ajustement définie à l'équation (5.5) ne comporte qu'un paramètre pour estimer la fréquence du mode de coque, alors qu'il a été mis en évidence que ce mode était dégénéré [104]. La prise en compte des modes (0,8) et (0,9) entrainerait alors un biais dans la détermination de β_{a1} , β_{a2} et β_{a3} si leur second coefficient du viriel était retenu pour cette étape.

Le tableau 5.4 présente les valeurs de κ et de f_{coque} obtenus après ajustements, pour les deux isothermes.

TAB. 5.4 – Comparaison entre les estimations de la fréquence f_{coque} du mode de respiration ainsi que du coefficient de compressibilité κ obtenus par ajustement de ces paramètres

		fonction 1	fonction 2
N°1	$\kappa \times 10^{11}$ (Pa ⁻¹)	2,7 (14,0)	1,8 (19,6)
	f_{coque} (Hz)	15461 (7841)	14888 (10873)
N°2	$\kappa \times 10^{11}$ (Pa ⁻¹)	2,9 (13,3)	1,6 (13,4)
	f_{coque} (Hz)	15605 (7352)	14733 (7311)

À partir des propriétés physiques mesurées à l'INRiM sur un échantillon du même cuivre utilisé pour usiner BCU3 [64], ainsi que du modèle décrit dans [61], les paramètres présentés dans le tableau 5.4 ont été estimés à $\kappa = 2,14 \times 10^{-11}$ Pa⁻¹ et $f_{coque} = 16824$ Hz. Ces différences peuvent provenir de la simplification de la forme de la coque du résonateur réel par le modèle de Mehl.

5.2.3 Étape 3 : bilan des corrections

L'ensemble des effets qui engendrent un décalage fréquentiel sur la mesure des fréquences de résonance a pu être estimé à l'aide du protocole décrit dans les sections 5.2.1 et 5.2.2.

La figure 5.4 récapitule les différentes étapes qui précèdent l'estimation de $u_{0n}^2(T_{PTE}, P)$.

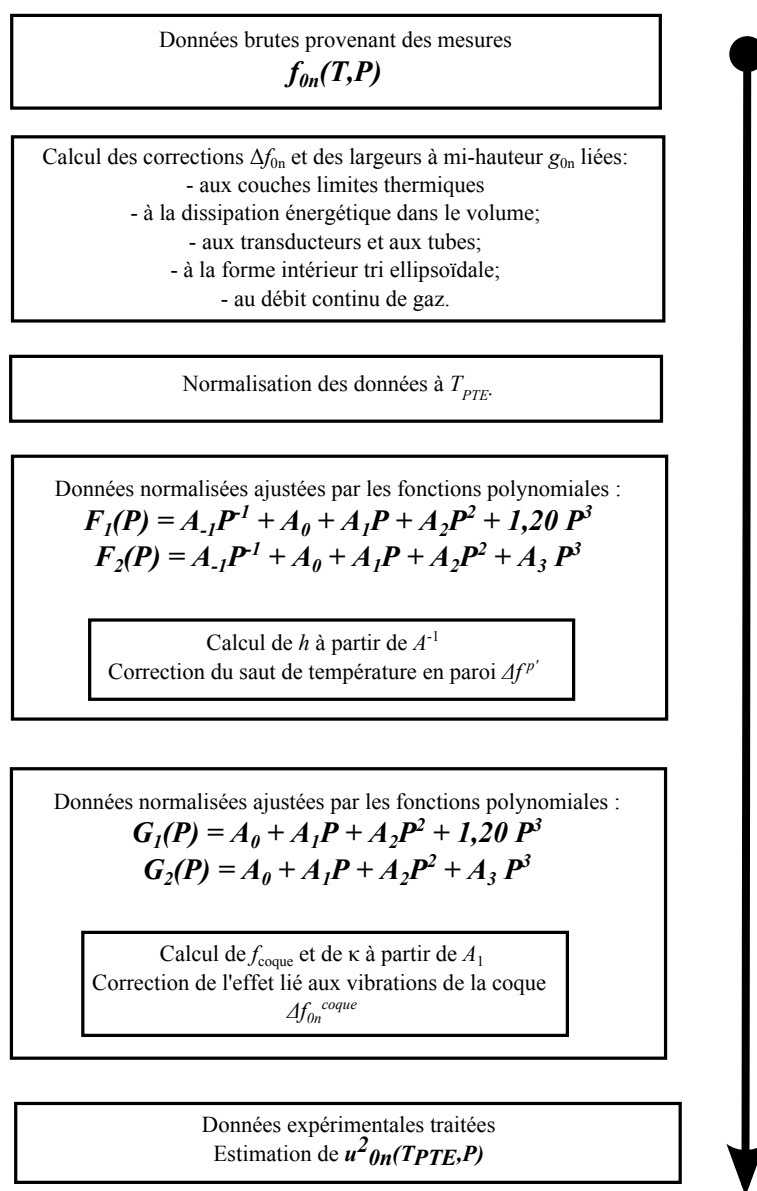


FIG. 5.4 – Schématisation des différentes étapes du traitement des données expérimentales avant estimation de $u_{0n}^2(T_{PTE}, 0)$

5.3 Comparaison modèle-expérience : analyse des excès de largeur à mi-hauteur

Les largeurs à mi-hauteur mesurées permettent d'estimer la dissipation énergétique qui est présente dans le résonateur. Les effets engendrant de la dissipation sont listés dans le tableau 5.5.

TAB. 5.5 – Tableau récapitulatif des effets qui engendrent une dissipation énergétique sur le champ acoustique à l'intérieur du résonateur

Effet	section	équation	$10^6 \times g_{0n}/f_{0n}$
Couche limite thermique	2.2.1	2.3	30 à 350
Dissipation liée au volume	2.3	2.12	0,5 à 16
Tubes d'arrivée et de sortie du gaz	2.4.2	2.18	0,5 à 3

Le tableau 5.5 présente également les ordres de grandeur minimal et maximal des contributions des effets sur g_{0n} , en valeur relative, pour la gamme fréquentielle d'étude, allant du mode (0,2) au mode (0,9), ainsi que pour l'ensemble des pressions. Pour rappel, ce sont les couches limites thermiques qui engendrent le plus de pertes énergétiques. Dans le but d'avoir une estimation qualitative du modèle présenté au chapitre 2, il est intéressant de comparer les largeurs à mi-hauteur expérimentale g_{0n}^{exp} aux largeurs à mi-hauteur théorique g_{0n}^{th} .

L'excès de largeur à mi-hauteur est alors défini de la manière suivante

$$\Delta g_{0n} = \frac{g_{0n}^{exp} - g_{0n}^{th}}{f_{0n}^{exp}} \quad (5.6)$$

Lorsque $\Delta g_{0n} > 0$, le modèle utilisé sous-estime l'influence d'effets dissipatifs et inversement, pour $\Delta g_{0n} < 0$ le modèle les surestime.

Cependant, le but de cette étude étant de déterminer la vitesse du son lorsque P tend vers 0, l'attention est surtout portée sur la valeur de Δg_{0n} à pression nulle. Pour cela, les données présentées aux figures 5.5 et 5.6 sont ajustées à l'aide d'une fonction polynomiale de degré 2. Sur ces figures, les excès de largeur à mi-hauteur sont multipliés par deux afin de qualifier le modèle sur l'estimation de u^2 , et non sur u uniquement dans l'autre cas.

Le tableau 5.6 reporte les valeurs de la constante de cette fonction, autrement dit, les valeurs de Δg_{0n} lorsque P tend vers zéro, à partir des données obtenues pour les pressions allant de 0,05 MPa à 0,4 MPa.

L'ensemble des excès de largeur à mi-hauteur lorsque la pression tend vers zéro sont, pour la plupart, compris entre -1×10^{-6} et 1×10^{-6} , excepté pour le mode (0,9). Cela représente une amélioration de la prise en compte ainsi que de la compréhension des effets dissipatifs, en comparaison avec d'autres études où l'extrapolation à pression nulle de Δg_{0n} donnait des valeurs supérieures à 2×10^{-6} [30], et où Δg_{02} était négatif sur toute la gamme de pression d'étude [31].

Pour le mode (0,9), cet écart important lorsque P tend vers zéro s'explique par le fait que l'actuel modèle sous estime la contribution d'effet dissipatifs et présente donc une

5.3. COMPARAISON MODÈLE-EXPÉRIENCE : ANALYSE DES EXCÈS DE LARGEUR À MI-HAUTEUR

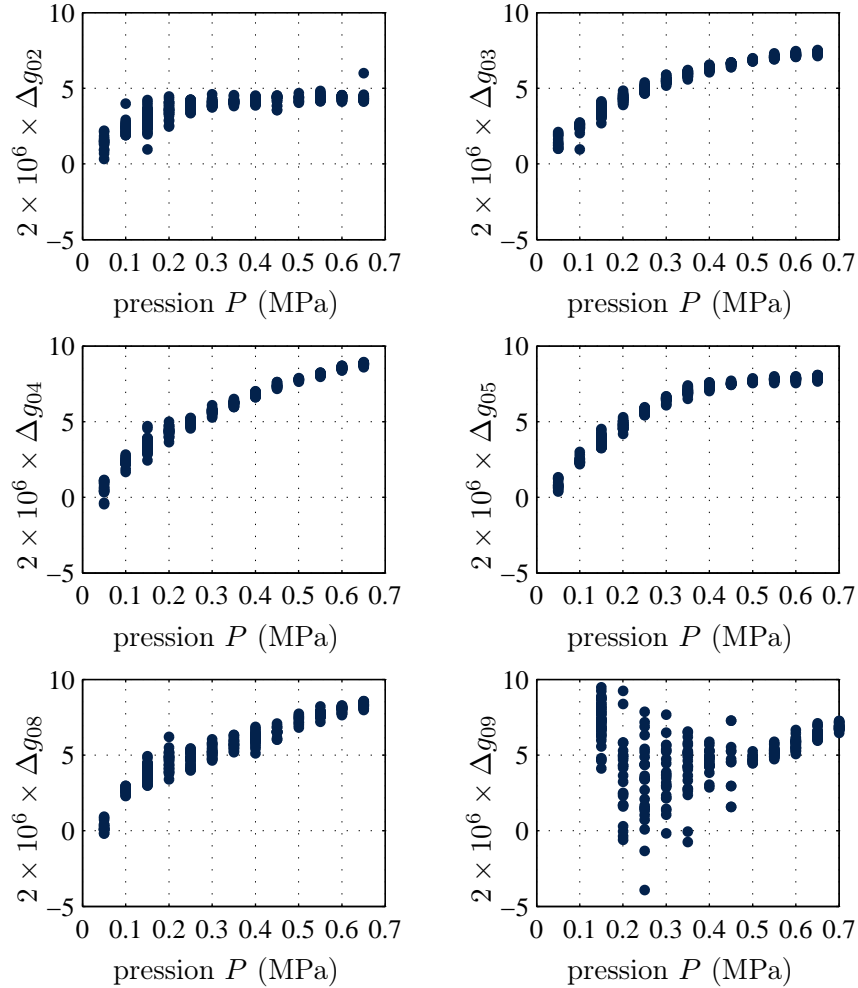


FIG. 5.5 – Excès de largeur à mi-hauteur $2 \times \Delta g_{0n}$ obtenus à partir des données de la première isotherme (mai 2009)

TAB. 5.6 – Résultats des extrapolations à pression nulle des excès de largeur à mi-hauteur Δg_{0n} des modes $0n$ étudiés et pour les deux isothermes.

	Isotherme N°1	Isotherme N°2
Mode $0n$	$2 \times 10^{-6} \times \Delta g_{0n}$	$2 \times 10^{-6} \times \Delta g_{0n}$
(0,2)	0,5 (2)	0,3 (2)
(0,3)	0,2 (1)	-0,3 (1)
(0,4)	-0,8 (1)	-0,7 (1)
(0,5)	-0,8 (1)	-0,8 (1)
(0,8)	-1,2 (2)	-0,2 (3)
(0,9)	24 (3)	17 (1)

5.3. COMPARAISON MODÈLE-EXPÉRIENCE : ANALYSE DES EXCÈS DE LARGEUR À MI-HAUTEUR

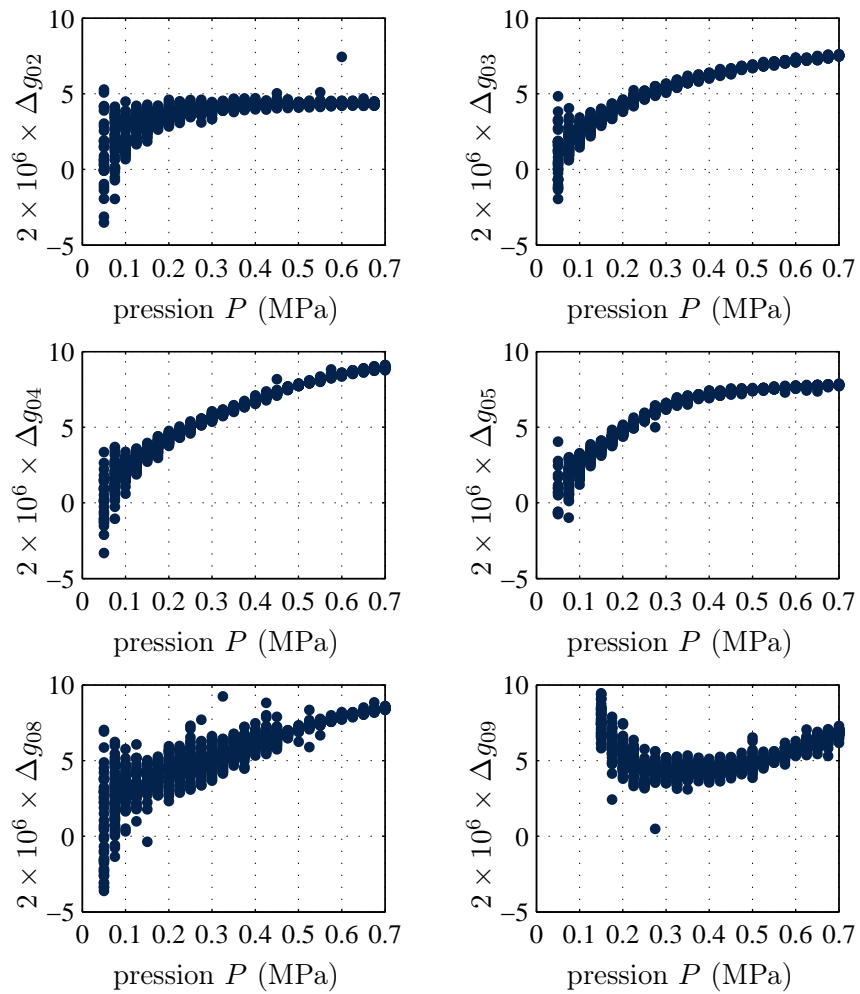


FIG. 5.6 – Excès de largeur à mi-hauteur $2 \times \Delta g_{0n}$ obtenus à partir des données de la seconde isotherme (juillet 2009)

5.3. COMPARAISON MODÈLE-EXPÉRIENCE : ANALYSE DES EXCÈS DE LARGEUR À MI-HAUTEUR

méconnaissance de phénomènes physiques en hautes fréquences et pour l'argon. Il s'agit alors d'un axe de travail pour les modélisations futures.

De récents travaux ont permis d'exprimer la contribution des couches limites thermiques sur les largeurs à mi-hauteur à leur second ordre de grandeur [107], comme suit

$$\frac{f_{0n}^p - ig_{0n}^p}{f_{0n}} = (i-1) \frac{\gamma-1}{2} \frac{\delta_h}{a} - i \frac{(\gamma-1)(2\gamma-1)}{2} \left(\frac{\delta_h}{a} \right)^2, \quad (5.7)$$

permettant d'expliquer en partie les Δg_{0n} négatifs observés auparavant. Il est à noter que l'utilisation de la correction au 1^{er} ou 2nd ordre n'affecte en rien la correction pour le décalage fréquentiel; la différence entre les deux n'étant que sur la partie imaginaire.

Auparavant, la contribution des couches limites sur la dissipation énergétique dans un résonateur sphérique avait déjà été exprimée dans deux travaux indépendants [44] et [108]. Cependant, leur expression diffère de celle présentée à l'équation (5.7) et a été écrite de la manière suivante

$$\frac{f_{0n}^p - ig_{0n}^p}{f_{0n}} = (i-1) \frac{\gamma-1}{2} \frac{\delta_h}{a} - i \frac{(\gamma-1)}{2} \left(\frac{\delta_h}{a} \right)^2, \quad (5.8)$$

ne faisant pas apparaître le facteur $(2\gamma-1)$.

Malgré cette différence, qui reste cependant faible, la même tendance est observée dans les équations (5.7) et (5.8). En effet, chaque estimation de g_{0n}^p reste inférieure à celle obtenue lorsque le modèle ne tient pas compte du second ordre de grandeur des couches limites thermiques. La figure 5.7 présente une comparaison des largeurs à mi-hauteur du mode (0,4) obtenues par le modèle du 1^{er} et celui du 2nd ordre (équation (5.8)), pour les deux isothermes.

- Modèle de correction du 1^{er} ordre
- Modèle de correction du 2nd ordre

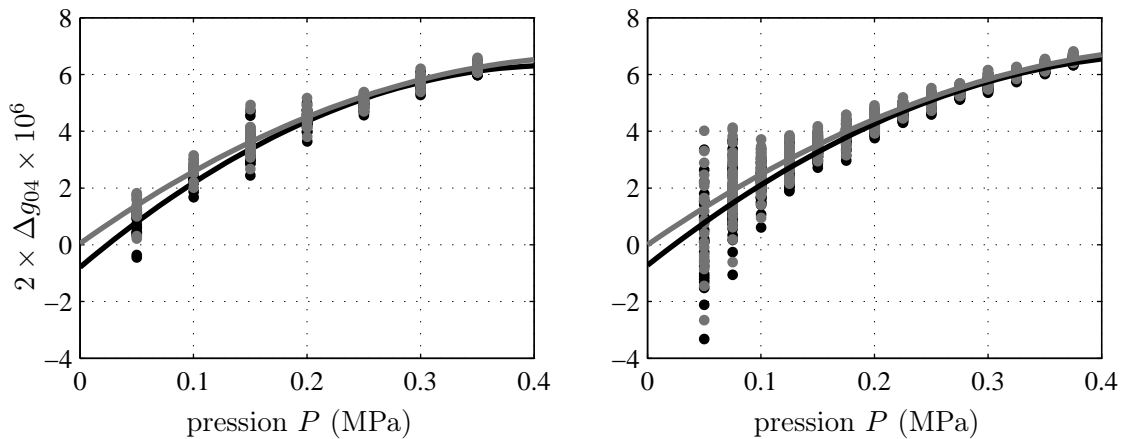


FIG. 5.7 – Excès de largeur à mi-hauteur du mode 04 pour chaque isotherme. Comparaison entre le modèle des corrections au 1^{er} et 2nd ordre de grandeur

À $P = 0$, et en utilisant l'équation (5.7) l'excès de largeur à mi-hauteur devient alors nul (ou est proche d'être nul) pour les modes (0,4) et (0,5), comme le montre le tableau 5.7.

5.3. COMPARAISON MODÈLE-EXPÉRIENCE : ANALYSE DES EXCÈS DE LARGEUR À MI-HAUTEUR

À titre d'information, le tableau 5.7 présente également les résultats de ces extrapolations lors de l'utilisation de l'équation (5.8) dans le modèle acoustique. Il est ainsi possible de voir que le choix de l'équation n'engendre pas de fortes différences à $P=0$.

TAB. 5.7 – Résultats des extrapolations à pression nulle des excès de largeur à mi-hauteur Δg_{0n} des modes $0n$ étudiés et pour les deux isothermes. Comparaison des deux modèles au 2nd ordre de grandeur des couches limites thermiques.

Mode $0n$	Isotherme N°1		Isotherme N°2	
	$2 \times 10^{-6} \times \Delta g_{0n}$ eq.(5.7) eq.(5.8)		$2 \times 10^{-6} \times \Delta g_{0n}$ eq.(5.7) eq.(5.8)	
(0,2)	2,5 (2)	1,4 (2)	2,1 (2)	1,2 (2)
(0,3)	1,33 (5)	0,66 (9)	0,77 (9)	0,21 (8)
(0,4)	0,1 (1)	-0,2 (1)	0,00 (9)	-0,35 (8)
(0,5)	-0,12 (9)	-0,52 (8)	-0,24 (7)	-0,56 (8)
(0,8)	-0,8 (2)	-0,6 (2)	0,4 (3)	0,2 (1)
(0,9)	25 (3)	21 (2)	17 (1)	15 (1)

5.4 Estimation à pression nulle de $u_{0n}^2(T_{PTE}, P)$

La valeur de $u_{0n}^2(T_{PTE}, 0)$ est connue grâce au calcul du premier coefficient du viriel acoustique (équation (4.1)) $u_{0n}^2(T_{PTE}, 0) = \left(\frac{\gamma_0 R T_{PTE}}{M}\right)^2$. Dans cette étude, l'estimation de $u_{0n}^2(T_{PTE}, 0)$ est effectuée en extrapolant à l'aide d'une fonction polynomiale des données acquises sur une large gamme de pression. Ainsi, le terme constant de cette fonction, A_0 , est par identification $u_{0n}^2(T_{PTE}, 0)$.

Deux fonctions polynomiales sont utilisées dans le but d'ajuster les données expérimentales. Les résultats obtenus après ajustement ainsi que le choix final de la fonction sont présentés dans cette section.

5.4.1 Définition des fonctions d'ajustement des données empiriques

Pour les mêmes raisons exposées dans la section 5.2.2, les fonctions d'ajustement prennent en compte le terme faisant intervenir la dépendance en P^3 de l'expérience, soit en laissant le paramètre libre soit en le fixant. Les deux fonctions polynomiales utilisées pour cette étude sont définies dans le tableau 5.8¹.

TAB. 5.8 – Définitions des deux fonctions polynomiales utilisées pour l'estimation de $u_{0n}^2(T_{PTE}, 0)$

	définition
fonction 1	$G_1(P) = A_0 + A_1P + A_2P^2 + 1, 20P^3$
fonction 2	$G_2(P) = A_0 + A_1P + A_2P^2 + A_3P^3$

¹Il n'y a plus de terme en P^{-1} car l'effet lié au saut de température à été corrigé.

5.4.2 Extrapolation à pression nulle et détermination de u_{0n}^2

La méthode d'ajustement choisie pour déterminer les coefficients des fonctions polynomiales décrites à la section 5.4.1 est celle des moindres carrés linéaires.

Les figures 5.8 et 5.9 présentent les résidus obtenus ainsi que leur ordre de grandeur. Les résidus présentés proviennent de l'ajustement par la fonction $G_1(P)$: ceux obtenus avec la fonction $G_2(P)$ étant semblables.

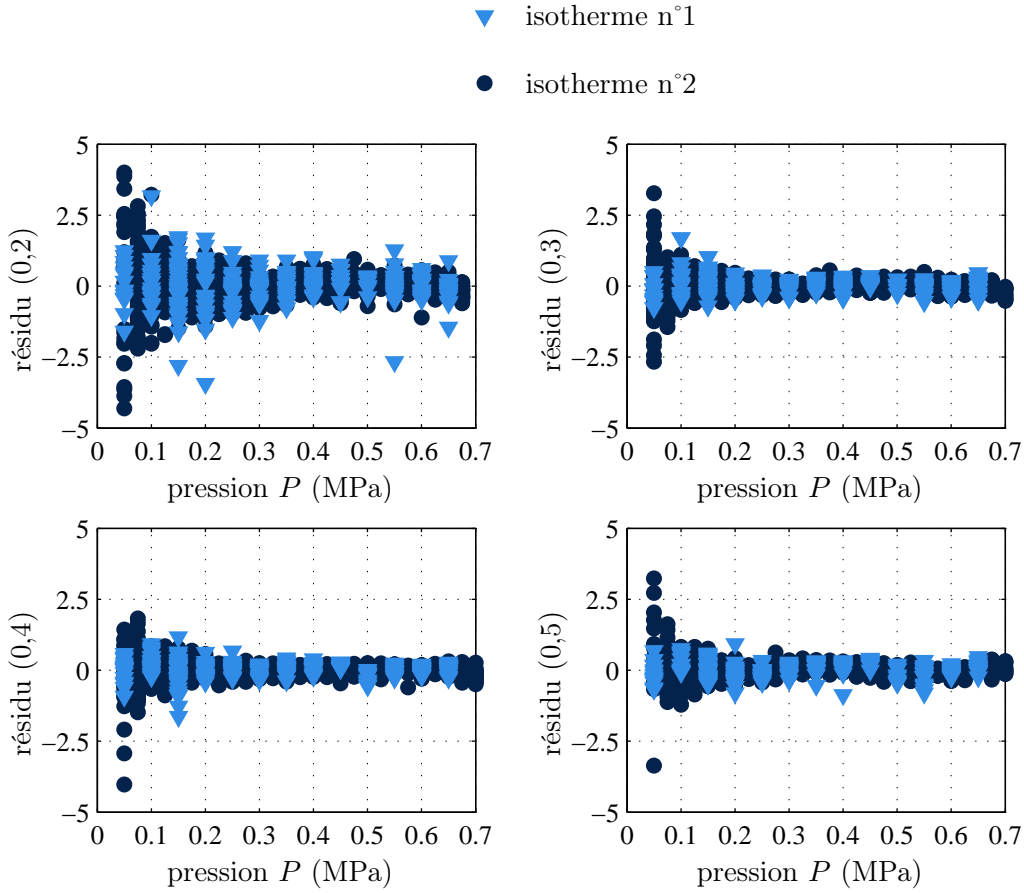


FIG. 5.8 – Résidus obtenus après ajustement par la fonction $G_1(P)$ des données expérimentales des deux isothermes effectuées au LCM/LNE-CNAM pour les modes (0,2) à (0,5)

Pour les quatre premiers modes, les résidus sont faibles ainsi qu'identiques entre les deux isothermes. Ce n'est pas le cas concernant les modes (0,8) et (0,9) pour lesquels les résidus présentés à la figure 5.9 sont :

- d'amplitudes plus importantes (facteur 2 à 4 en basses pressions pour le mode (0,8)) ;
- régis par un processus non aléatoire entre chaque plateau de pression ;
- différents entre les deux isothermes (cela étant plus visibles pour le mode (0,8)).

Ces observations, complétées de l'analyse qualitative du modèle réalisée dans la section 5.3, conduisent à écarter pour la détermination de la constante de Boltzmann les modes (0,8)

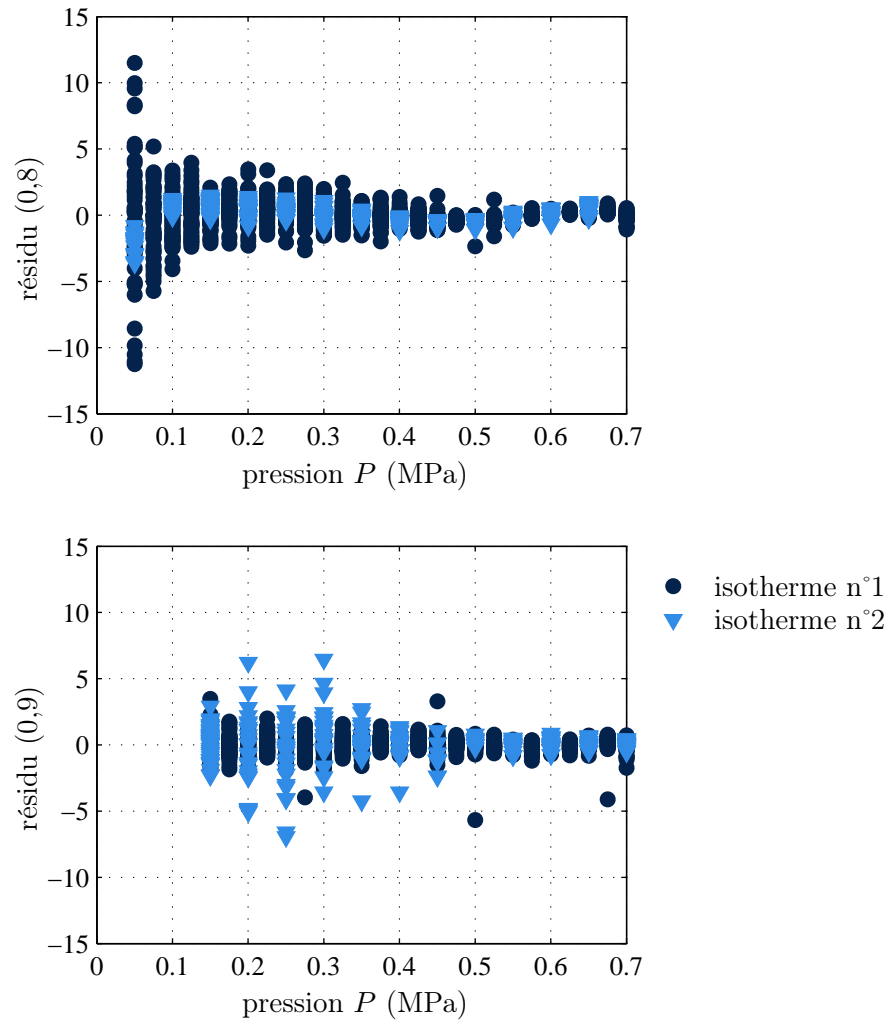


FIG. 5.9 – Résidus obtenus après ajustement par la fonction $G_1(P)$ des données expérimentales des deux isothermes effectuées au LCM/LNE-CNAM pour les modes (0,8) et (0,9)

et (0,9).

La figure 5.10 présente les estimations du coefficient A_0 pour chacune des configurations définies dans la section 5.4.1, pour les modes (0,2) à (0,5), ainsi que pour les deux isothermes.

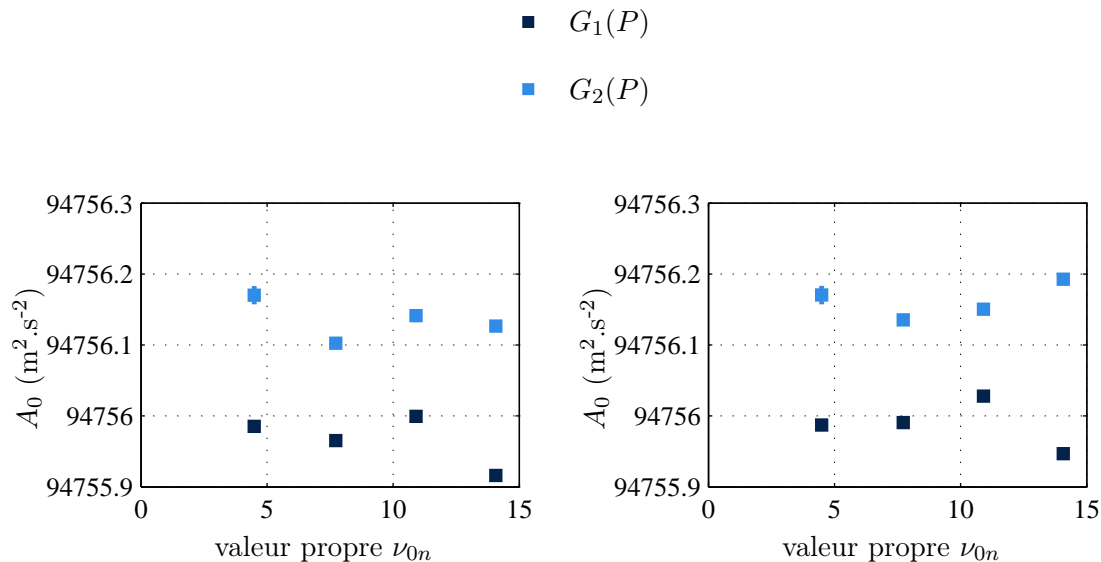


FIG. 5.10 – Comparaison des valeurs des coefficients A_0 estimés par la méthode des moindres carrés linéaires des fonctions d’ajustement $G_1(P)$ et $G_2(P)$. (à droite) isotherme n°1 (à gauche) isotherme n°2

Quelle que soit la fonction d’ajustement utilisée, et pour les deux isothermes, l’écart-type relatif sur A_0 est inférieur à $0,4 \times 10^{-6}$. Le tableau 5.9 donne les valeurs de A_0 estimées par chaque fonction et pour chaque isotherme.

TAB. 5.9 – Résultats des estimations du coefficients A_0 obtenus avec les fonctions $G_1(P)$ et $G_2(P)$ pour les deux isothermes.

	Isotherme N°1	Isotherme N°2
fonction $G_1(P)$, A_0 ($\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-2}$)	94755,966 (36)	94755,988 (33)
fonction $G_2(P)$, A_0 ($\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-2}$)	94756,135 (28)	94756,162 (25)

Les figures 5.11, 5.12 et 5.13 présentent les valeurs des autres coefficients des fonctions d’ajustement $G_1(P)$ et $G_2(P)$. De même, pour chaque fonction et chaque isotherme, ces coefficients sont estimés. Les tableaux 5.10, 5.11 et 5.12 donnent les moyennes ainsi que les écarts types associés.

Il est à noter que ces coefficients peuvent comporter un biais lié à l’effet du couplage fluide structure qui n’a pu être correctement corrigé. Cependant, il est intéressant de comparer ces valeurs entre fonctions ainsi qu’avec celles de précédentes déterminations. Ainsi, les coefficients A_1 et A_2 de la fonction $G_1(P)$, et pour chaque isotherme, sont seulement inférieurs de 2% à ceux estimés dans [30] ainsi que dans [31].

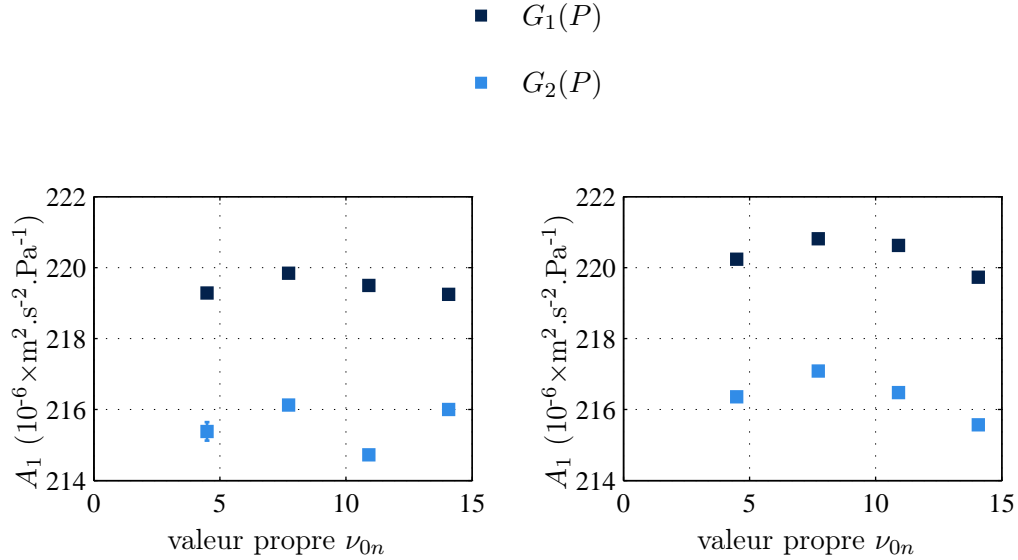


FIG. 5.11 – Comparaison des valeurs des coefficients A_1 estimés par la méthode des moindres carrés linéaires des fonctions d’ajustement $G_1(P)$ et $G_2(P)$. (à droite) isotherme n°1 (à gauche) isotherme n°2

TAB. 5.10 – Résultats des estimations du coefficients A_1 obtenus avec les fonctions $G_1(P)$ et $G_2(P)$ pour les deux isothermes.

	Isotherme N°1	Isotherme N°2
fonction $G_1(P)$, A_1 ($10^6 \times \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-2} \cdot \text{Pa}^{-1}$)	219,36 (27)	220,25 (48)
fonction $G_2(P)$, A_1 ($10^6 \times \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-2} \cdot \text{Pa}^{-1}$)	215,56 (64)	216,37 (63)

TAB. 5.11 – Résultats des estimations du coefficients A_2 obtenus avec les fonctions $G_1(P)$ et $G_2(P)$ pour les deux isothermes.

	Isotherme N°1	Isotherme N°2
fonction $G_1(P)$, A_2 ($10^{12} \times \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-2} \cdot \text{Pa}^{-2}$)	52,52 (68)	52,55 (74)
fonction $G_2(P)$, A_2 ($10^{12} \times \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-2} \cdot \text{Pa}^{-2}$)	55,99 (165)	55,88 (194)

TAB. 5.12 – Résultats des estimations du coefficients A_0 obtenus avec la fonction $G_2(P)$ pour les deux isothermes.

	Isotherme N°1	Isotherme N°2
fonction $G_2(P)$, A_3 ($10^{18} \times \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-2} \cdot \text{Pa}^{-3}$)	-2 (1)	-2 (2)

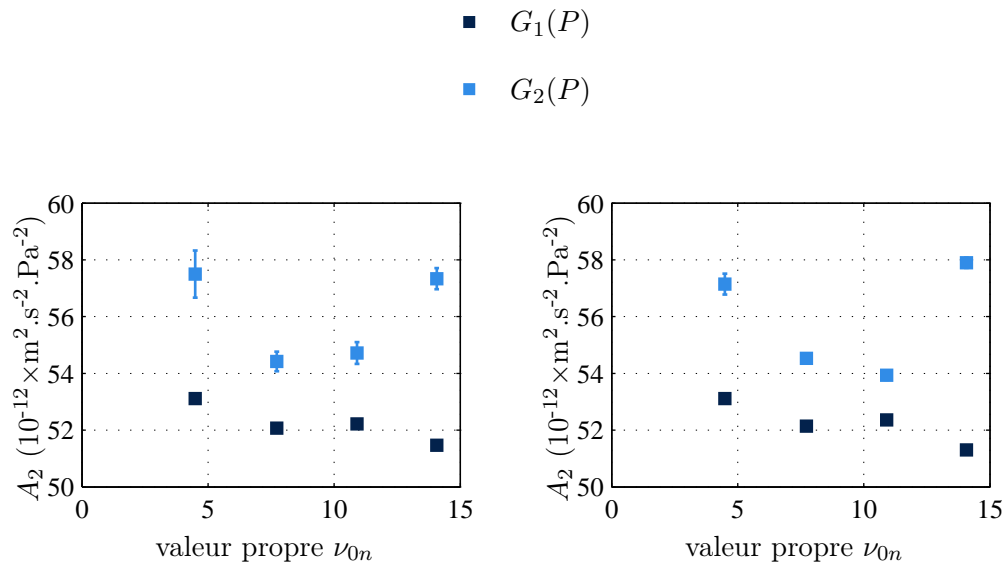


FIG. 5.12 – Comparaison des valeurs des coefficients A_2 estimés par la méthode des moindres carrés linéaires des fonctions d’ajustement $G_1(P)$ et $G_2(P)$. (à droite) isotherme n°1 (à gauche) isotherme n°2

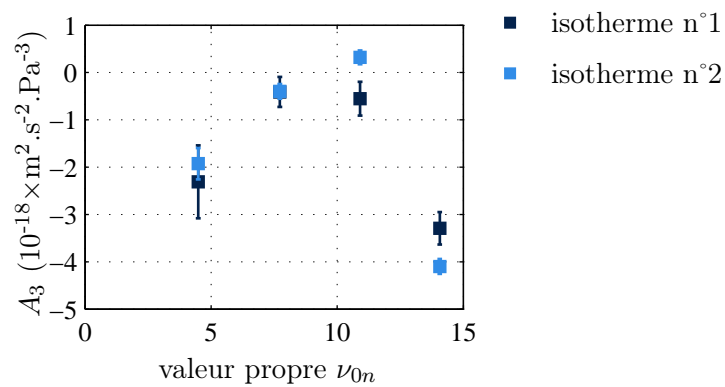


FIG. 5.13 – Comparaison des valeurs des coefficients A_3 estimés par la méthode des moindres carrés linéaires de la fonction d’ajustement $G_2(P)$

Lorsque le terme en P^3 est libre lors de l'ajustement (fonction $G_2(P)$), les valeurs du coefficient A_2 sont plus dispersées (écart type relatif $\sigma = 3 \%$) que celles obtenues lorsque celui-ci est fixe (écart type relatif $\sigma = 1,3 \%$). De plus, pour les coefficients A_1 et A_2 de la fonction $G_2(P)$, la différence relative est alors de 5% en comparaison avec ceux estimés dans [30] et [31]. Enfin, les valeurs des coefficients A_3 présentées dans la figure 5.13 ne coïncident pas avec celles données dans la littérature [103, 30, 59], et n'ont pas de sens physique, étant inférieur à zéro (voir tableau 5.12). Cela a pour conséquence d'exclure la fonction $G_2(P)$ pour la détermination de la constante de Boltzmann.

5.5 Conclusion

Dans ce chapitre, les étapes nécessaires à la correction des données expérimentales et des phénomènes physiques perturbateurs engendrant un biais sur la mesure de la vitesse du son dans une cavité sphérique sont présentées.

Une fois le modèle appliqué, la vitesse du son a été calculée pour chaque mode $0n$ et pour les pressions d'études P à la température T_{PTE} .

Ensuite, l'estimation à $P = 0$ par extrapolation de $u_{0n}^2(T_{PTE}, P)$ a été présentée dans la troisième section. Cette estimation est effectuée en extrapolant à l'aide d'une fonction polynomiale les données acquises à diverses pressions comprises entre 0,05 MPa et 0,7 MPa, qui par identification permet de lier son terme constant A_0 à $u_{0n}^2(T_{PTE}, P)$.

Comme il a pu être montré aux figures 5.10, 5.11, 5.12 et 5.13, la définition de cette fonction n'est pas à négliger car elle peut mener à des ajustements biaisés, comme c'est le cas avec la fonction $G_2(P)$. Ainsi, pour la détermination de la constante de Boltzmann les estimations de $u_{0n}^2(T_{PTE}, 0)$ par la fonction $G_2(P)$ sont exclues car les valeurs du coefficient A_3 obtenus n'ont pas de sens physique. De plus, les valeurs des coefficients A_1 ainsi que A_2 présentaient une dispersion plus grande entre les modes d'étude.

Chapitre 6

Détermination de la constante de Boltzmann et du bilan d'incertitude

6.1 Introduction

Ce chapitre présente l'étape finale de la détermination de la constante de Boltzmann k_B . Il est composé de deux sections. Tout d'abord, le calcul de la constante de Boltzmann pour chaque isotherme est effectué à partir des valeurs du coefficient A_0 obtenues dans la section 5.4. Ensuite, le bilan d'incertitude de cette étude pour la détermination de k_B est proposé.

6.2 Détermination de la constante de Boltzmann

Pour rappel, deux isothermes ont été réalisées au LCM/LNE-CNAM. Ces deux isothermes étant indépendantes, il est proposé de déterminer pour chacune une valeur de k_B comme suit,

$$k_B = \frac{M}{\gamma_0 T_{PTE} N_A} \langle A_0 \rangle \quad (6.1)$$

où $\langle A_0 \rangle$ est la moyenne non-pondérée des coefficients obtenus pour les modes (0,2) à (0,5) avec la fonction $G_1(P)$ définie dans le tableau 5.8 et ce, pour chaque isotherme.

La figure 6.1 présente les valeurs de la constante de Boltzmann, par mode d'étude, obtenues en appliquant l'équation 6.1.

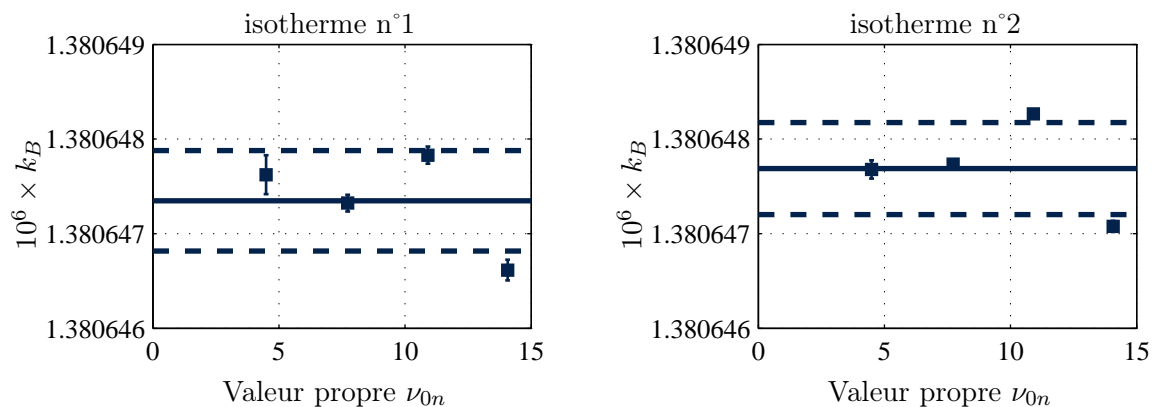


FIG. 6.1 – Valeurs de la constante de Boltzmann k_B pour chaque mode étudié lors de la première et de la seconde isotherme et pour la fonction polynomiale d'ajustement $G_1(P)$ définie dans le tableau 5.8. Les traits pleins représentent la moyenne non-pondérée des valeurs par graphique ; les droites en pointillés représentent l'écart type associé.

Le tableau 6.1 résume les déterminations de k_B et leur incertitude associée pour les deux isothermes.

TAB. 6.1 – Valeurs de la constante de Boltzmann k_B pour chaque isotherme, obtenues avec la fonction polynomiale d'ajustement $G_1(P)$ définie dans le tableau 5.8.

	isotherme n°1	isotherme n°2
$10^{23} \times k_B$ (J.K ⁻¹)	1,3806473 (53)	1,3806477 (49)

6.3 Bilan d'incertitude

Le bilan d'incertitude sur la détermination de la constante de Boltzmann est présenté dans cette section. Son incertitude relative est calculée de la manière suivante

$$U(k_B) = \sqrt{U(M)^2 + U(T_{PTE})^2 + U(u^2(T_{PTE}, 0))^2 + U(N_A)^2} \quad (6.2)$$

où $U(N_A) = 4,4 \times 10^{-8}$ est l'incertitude relative du nombre d'Avogadro [20]. Les trois autres incertitudes correspondent à celles sur la détermination de la masse molaire de l'argon $U(M)$, de la mesure de la température à T_{PTE} , $U(T_{PTE})$, et à l'estimation de la vitesse du son au carré à pression nulle $U(u^2(T_{PTE}, 0))$.

6.3.1 Incertitude sur les mesures de la température

Les mesures acoustiques et électromagnétiques ont été effectuées à des températures T différentes de celle du point triple de l'eau T_{PTE} d'un écart $\Delta T_{PTE} = T - T_{PTE}$. Pour chaque cartographie i_c (voir section 4.2) dont le protocole expérimental est détaillé dans [32], l'écart de la température donnée par un thermomètre i_t par rapport à la moyenne des écarts mesurés est calculé de la manière suivante

$$\Delta T_{i_c, i_t}^{PTE} = (\Delta T_{PTE} - \overline{\Delta T_{PTE}})_{i_c, i_t}. \quad (6.3)$$

La moyenne de ces écarts est obtenue comme suit

$$\overline{\Delta T_{PTE}} = \frac{\sum_{i_c=1}^{n_c} \sum_{i_t=1}^{n_t} \Delta T_{i_c, i_t}^{PTE}}{N_t} \quad (6.4)$$

où $n_t = 3$ est le nombre de thermomètres utilisés lors des $n_c = 9$ cartographies et $N_t = \sum_{i_c=1}^{n_c} n_t = 27$. À cette moyenne, la variance suivante est associée

$$U(\overline{\Delta T_{PTE}})^2 = \frac{1}{N_t - 1} \sum_{i_c=1}^{n_c} \sum_{i_t=1}^{n_t} \Delta T_{i_c, i_t}^{PTE} - \overline{\Delta T_{PTE}} \quad (6.5)$$

À partir des données provenant des cartographies thermiques présentées dans la section 4.2, et en utilisant l'équation 6.5, l'incertitude sur les mesures de la température autour de T_{PTE} est de 0,07 mK, ce qui correspond à une incertitude relative de $U(T_{PTE}) = 0,3 \times 10^{-6}$.

Le tableau 6.2 récapitule le bilan d'incertitude pour les mesures de la température.

6.3. BILAN D'INCERTITUDE

TAB. 6.2 – Bilan d'incertitude sur la mesure de T_{PTE} lors des deux isothermes réalisées au LCM/LNE-CNAM.

Composantes	Isothermes N°1 et N°2	Commentaires
Estimations de l'écart moyen lors des cartographies thermiques	0,3	Équation 6.5
Total	0,3	Incertitude relative totale sur la mesure de T_{PTE}

6.3.2 Incertitude sur la composition isotopique de l'argon et sur la concentration en impureté

La connaissance ainsi que le contrôle de la composition du milieu de mesure font partie des points clés pour obtenir une faible incertitude sur la détermination de la constante de Boltzmann. Le système de distribution de gaz permettant notamment de purifier l'argon est décrit dans la section 4.4.

Tout d'abord, la composition isotopique de l'argon utilisé au LCM/LNE-CNAM a été estimée avec une incertitude relative de $0,15 \times 10^{-6}$ à partir des mesures réalisées par l'IRMM [32].

L'IRMM a également déterminé les compositions isotopiques de l'argon provenant de l'expérience effectuée au NPL [31] pendant laquelle deux bouteilles ont été utilisées. La différence entre les masses molaires de ces deux gaz était de 3×10^{-6} . Les deux déterminations de k_B avaient quant à elles une différence de $2,77 \times 10^{-6}$, différence qui est cohérente avec les valeurs des masses molaires mesurées. Ces résultats indépendants permettent d'avoir confiance dans la détermination de la composition isotopique de l'argon utilisé dans cette étude.

Comme indiqué dans [32], la plus grande source d'incertitude sur la présence d'impuretés vient des concentrations d'hélium et de néon mesurées par l'IRMM et déterminée pour chacune, en relatif, à 2×10^{-6} . La présence d'un de ces deux éléments, du fait de leur masse molaire inférieure à celle de l'argon, ne peut qu'augmenter la vitesse du son quadratique lors des mesures, de $1,8 \times 10^{-6}$ pour l'hélium, et de 1×10^{-6} pour le néon (voir figure 4.11). La présence d'autres impuretés a été quantifiée en traitant l'argon au sein même du système de distribution du gaz avec des pièges à particules (voir section 4.4). Ainsi, des écarts relatifs de $0,06 \times 10^{-6}$ et $0,02 \times 10^{-6}$ ont pu être observés sur la mesure de $u^2(T, P)$ lorsque les deux pièges étaient en fonctionnement ou à l'arrêt.

Au final, l'incertitude sur la masse molaire de l'argon pour la présence d'impuretés est asymétrique, ne dépendant majoritairement que de l'incertitude sur la présence de l'hélium et du néon.

Dans le cas d'incertitudes asymétriques, l'approximation la plus simple de la variance est [109]

$$U^2(u^2) = \sqrt{\frac{(a_{u^2}^+ - a_{u^2}^-)^2}{12}}, \quad (6.6)$$

6.3. BILAN D'INCERTITUDE

où $a_{u^2}^+$ et $a_{u^2}^-$ sont respectivement la limite supérieure et la limite inférieure de u^2 en présence de la quantité maximale d'hélium ou de néon. Pour les cas présentés ici, la vitesse du son mesurée ne pouvant être inférieure à celle dans l'argon, il vient $a_{u^2}^- = 0$. Les limites supérieures sont quant à elles $a_{u^2}^+/u^2 = 1,8 \times 10^{-6}$ pour l'hélium et $a_{u^2}^+/u^2 = 1 \times 10^{-6}$ pour le néon. En utilisant l'équation (6.6), les incertitudes relatives sur la présence de ces deux éléments sont donc :

- pour l'hélium $0,52 \times 10^{-6}$;
- pour le néon $0,29 \times 10^{-6}$.

Le tableau 6.3 présente le bilan d'incertitude sur la détermination de M .

TAB. 6.3 – Bilan d'incertitude sur la détermination de M lors des deux isothermes réalisées au LCM/LNE-CNAM.

Composantes	Isothermes N°1 et N°2	Commentaires
Composition isotopique de l'argon	0,15	D'après l'analyse de l'IRMM [32]
Présence d'impuretés non connues (test cold trap)	0,06	Analyse par l'écart type d'Allan, test du <i>cold trap</i> (section 4.4)
Présence d'impuretés non connues (test getter)	0,02	Analyse par l'écart type d'Allan, test du <i>getter</i> (section 4.4)
Présence d'He	0,52	D'après [109] et l'équation (6.6)
Présence de Ne	0,29	D'après [109] et l'équation (6.6)
Total	0,62	Racine carrée de la sommation quadratique des incertitudes

L'incertitude totale sur la détermination de la masse molaire de l'argon utilisé au LCM/LNE-CNAM est de $U(M) = 0,62 \times 10^{-6}$.

6.3.3 Incertitude sur la détermination de $u^2(T_{PTE}, 0)$

Le modèle théorique, la méthode de mesure et le traitement des données permettant l'estimation de $u^2(T_{PTE}, 0)$ sont présentés respectivement dans les chapitres 2, 4 et 5. L'incertitude sur cette estimation est détaillée dans cette section.

Tout d'abord, la dispersion des coefficients A_0 obtenus pour les modes (0,2) à (0,5) et estimée comme étant l'écart-type associé à la moyenne non pondérée pour chaque isotherme, prend en compte les imperfections du modèle acoustique pour la correction de la forme intérieure du résonateur. Cette incertitude a été estimée à $0,35 \times 10^{-6}$ pour les deux isothermes.

La détermination du coefficient d'accommodation thermique h présentée dans la section 5.2.2 et résumée dans le tableau 5.3 a été effectuée avec une incertitude associée de 0,025 pour la première isotherme, et de 0,027 pour la seconde. En ajoutant à la valeur de h pour chaque isotherme cette incertitude associée, il vient alors une détermination sur $u^2(T_{PTE}, 0)$ qui est décalée de $0,46 \times 10^{-6}$. Cette incertitude représente la seconde plus grande source d'erreur dans le bilan d'incertitude exposé dans cette section.

La première source provient de l'incertitude sur le rayon équivalent de la quasi sphère par spectroscopie électromagnétique de son volume, estimée à $0,57 \times 10^{-6}$ (voir section 3.4). L'incertitude associée à la correction de l'effet du débit est estimée par la loi de propagation de l'incertitude, définie dans [109]. À partir de l'étude expérimentale présentée dans la section 4.5.2 et en prenant le cas où l'effet est le plus important, c'est à dire à $P = 0,05$ MPa, l'erreur de la correction du débit sur $u^2(T_{PTE}, 0)$ est de $0,2 \times 10^{-6}$.

La valeur du coefficient A_3 pour prendre en compte la dépendance en P^3 de la vitesse du son qui a été utilisés provient de précédentes études [103, 30]. La valeur du terme cubique qui a été retenue pour cette étude est $A_3 = 1,20 \times 10^{-18} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-2} \cdot \text{Pa}^{-3}$. L'effet de ce choix a été estimé en calculant la différence sur $u^2(T_{PTE}, 0)$ lorsqu'une seconde valeur est choisie ($A_3 = 1,45 \times 10^{-18} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-2} \cdot \text{Pa}^{-3}$, reportée dans [103]). Ainsi, pour la première isotherme, l'écart entre les deux estimations de $u^2(T_{PTE}, 0)$ est de $0,16 \times 10^{-6}$. Cet écart est de $0,19 \times 10^{-6}$ pour la seconde isotherme.

La propriété thermophysique de l'argon influençant le plus les corrections du modèle est la conductivité thermique λ . Celle-ci a été déterminée au plus haut niveau d'exactitude connu à ce jour à partir du rapport de viscosité de l'argon sur celle de l'hélium lorsque la pression tend vers zéro [43]. À partir de ces travaux, la conductivité thermique de l'argon a été déduite à $T = 273,16$ K et $P = 0,1$ MPa, à $\lambda = 16,419(4) \text{ mW} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$. L'incertitude de $0,004 \text{ mW} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ entraîne une variation de $0,02 \times 10^{-6}$ sur la valeur de $u^2(T_{PTE}, 0)$.

Le bilan d'incertitude est complété de deux autres valeurs provenant de l'erreur engendrée par la correction de l'effet des microphones et des vibrations de la coque. Pour les deux corrections, l'écart sur $u^2(T_{PTE}, 0)$ est inférieur à $0,01 \times 10^{-6}$. Le tableau 6.4 récapitule le bilan d'incertitude sur l'estimation de $u^2(T_{PTE}, 0)$. Au final,

6.3. BILAN D'INCERTITUDE

son incertitude associée est $U(u^2(T_{PTE}, 0)) = 0,88 \times 10^{-6}$ pour la première isotherme, et $U(u^2(T_{PTE}, 0)) = 0,89 \times 10^{-6}$ pour la seconde isotherme.

6.3. BILAN D'INCERTITUDE

TAB. 6.4 – Bilan d'incertitude sur l'estimation de $u^2(T_{PTE}, 0)$ lors des deux isothermes réalisées au LCM/LNE-CNAM.

Composantes	Isotherme N°1	Isotherme N°2	Commentaires
Erreur de mesure du rayon équivalent à pression nulle	0,57	0,57	Traité dans la section 3.4
Différence sur $u^2(T_{PTE}, 0)$ liée à la valeur de h	0,46	0,46	Erreur d'estimation sur la valeur de h : $\Delta h_1 = 0,025$ et $\Delta h_2 = 0,027$ (voir tableau 5.3, fonction 2)
Estimation de la dispersion des k_B pour les modes étudiés	0,35	0,35	Calcul de l'écart-type pour les modes (0,2) à (0,5) pour chaque isotherme. Cela inclut également l'incertitude du modèle acoustique
Erreur d'estimation de l'impédance des tubes	0,23	0,23	Différence sur les résultats obtenus lorsque l'impédance des tubes est augmentée de 10% (d'après [56])
Erreur sur la correction du débit	0,20	0,20	Estimation de la propagation d'incertitude à l'aide de [109]
Incertitude sur A_3	0,16	0,19	Différence sur chaque isotherme lorsque $A_3 = 1,20 \times 10^{-18} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-2} \cdot \text{Pa}^{-3}$ et $A_3 = 1,45 \times 10^{-18} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-2} \cdot \text{Pa}^{-3}$
Conductivité thermique de l'argon	0,02	0,02	Renseignée dans [43]
Erreur sur la correction liée aux microphones	< 0,01	< 0,01	Différence sur les résultats obtenus en appliquant ou non la correction liée au microphone
Vibration de la coque	< 0,01	< 0,01	Différence sur les résultats obtenus en appliquant ou non le modèle théorique et l'ajustement des 2 ^{nds} coefficients du viriel
Total	0,88	0,89	Racine carrée de la sommation quadratique des incertitudes

6.4 Conclusion

Deux isothermes avec de l'argon ont été effectuées au LCM/LNE-CNAM et ont permis de déterminer pour chacune d'elle une valeur de la constante de Boltzmann :

- pour l'isotherme n°1, $k_B = 1,3806473(15) \times 10^{-23} \text{ J} \cdot \text{K}^{-1}$;
- pour l'isotherme n°2, $k_B = 1,3806477(15) \times 10^{-23} \text{ J} \cdot \text{K}^{-1}$.

À partir de ces déterminations ainsi que du bilan d'incertitude présenté dans la section 6.3 auquel il est ajouté l'écart-type associé à la moyenne des deux déterminations ($0,21 \times 10^{-6}$), la valeur de la constante de Boltzmann suivante est proposée

$$k_B = 1,3806475(16) \times 10^{-23} \text{ J.K}^{-1}, \quad (6.7)$$

c'est à dire avec une incertitude relative de $1,14 \times 10^{-6}$.

En 2010, l'équipe basse température a déterminé une valeur de k_B à partir des mêmes données expérimentales présentées dans cette étude, menant à une détermination la plus précise depuis ces vingt dernières années,

$$k_B = 1,3806477(17) \times 10^{-23} \text{ J.K}^{-1},$$

c'est-à-dire avec une incertitude relative de $1,24 \cdot 10^{-6}$.

La figure 6.2 présente les différentes déterminations de la constante de Boltzmann par voie acoustique au LCM/LNE-CNAM, depuis celle effectuée au NIST en 1988 [30]. La détermi-

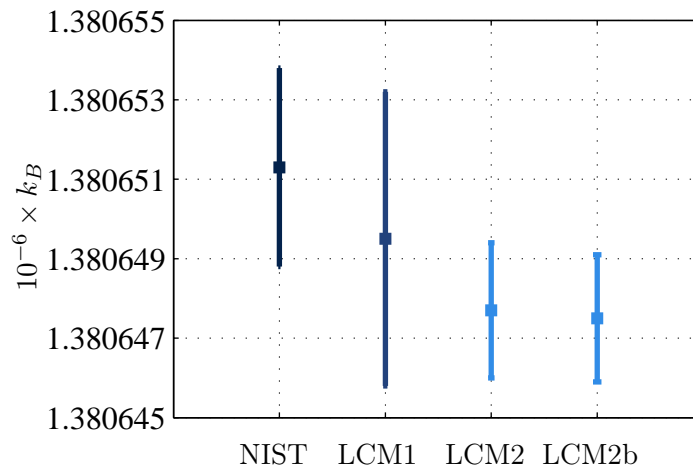


FIG. 6.2 – Comparaison des déterminations de la constante de Boltzmann k_B effectuée par voie acoustique au NIST en 1988 avec de l'argon [30], au LCM en 2009 avec de l'hélium et un autre résonateur (LCM1 [65]), en 2010 avec de l'argon et le résonateur décrit dans cette étude (LCM2 [32]), ainsi qu'en 2012 (LCM2b, analyse effectuée dans cette thèse à partir du même jeu de données que pour LCM2)

nation effectuée lors de ces travaux de thèse est inférieure de $0,15 \times 10^{-6}$ à celle effectuée en 2010.

Tout d'abord, cet écart provient de la valeur du coefficient h mesuré dans la section 5.2.2. Dans [32], les valeurs de h mesurées étaient supérieures d'environ 4% à l'étude présentée

6.4. CONCLUSION

dans ce document, et cela pour les deux isothermes. Cet écart est équivalent à l'incertitude sur les mesures de h présentées dans la section 5.2.2. Autrement dit, l'écart sur les deux déterminations de k_B est en accord avec celui observé sur les mesures de h .

Concernant la différence sur l'incertitude, celle-ci provient d'une contribution qui n'a pas été prise en compte dans cette nouvelle analyse des données. Pitre et al. reportent dans [32] l'effet du choix de la fonction lorentzienne pour la mesure des paramètres f_{0n}^{exp} et g_{0n}^{exp} . Au final, cette contribution a été estimée à $0,39 \times 10^{-6}$. Il n'a pas été choisi de prendre en compte cette ultime contribution car elle n'a pas été jugée pertinente. Le principal argument étant notamment la nécessité du second degré de la fonction lorentzienne en basse pression là où g_{0n}^{exp} est plus important. Par exemple pour le mode (0,5), à $P = 0,7$ MPa, $g_{05}^e = 0,8$ Hz ; à $P = 0,05$ MPa, $g_{05}^e = 3$ Hz. Cela nécessite un nombre de points de mesure adapté.

Ceci dit, en ajoutant cette contribution au bilan d'incertitude présenté dans cette section, l'incertitude relative totale serait alors de $1,20 \times 10^{-6}$, incertitude qui est identique à celle donnée dans [32].

Conclusion

CONCLUSION

Je pense que, j'ai dû faire le tour...

Olivier Malherbe

Vers 1608.

CONCLUSION

Conclusion des travaux

Au LCM/LNE-CNAM

Dans cette étude, la constante de Boltzmann k_B est déterminée par spectroscopie acoustique dans un résonateur quasi sphérique. Le principe de l'expérience est d'estimer la vitesse du son u dans un gaz parfait à pression nulle. Pour cela, la vitesse du son est mesurée à différentes pressions statiques P lors d'un processus d'isotherme à la température du point triple de l'eau T_{PTE} puis extrapolée à $P = 0$.

La valeur de la constante de Boltzmann proposée d'après les travaux présentés dans cette étude est la suivante

$$k_B = 1,3806475(16) \times 10^{-23} \text{ J.K}^{-1},$$

c'est à dire avec une incertitude relative de $1,14 \times 10^{-6}$.

Cette valeur et son incertitude associée proviennent d'une nouvelle analyse des données qui ont été obtenues au LCM/LNE-CNAM en 2009 et dont les résultats ont été publiés dans [32]. La constante de Boltzmann avait alors été déterminée à

$$k_B = 1,3806477(17) \times 10^{-23} \text{ J.K}^{-1},$$

c'est à dire avec une incertitude relative de $1,24 \times 10^{-6}$.

Il s'agit de la détermination de la constante de Boltzmann au plus haut niveau d'exactitude. La précédente détermination la plus précise ayant été réalisée avec une technique similaire en 1988.

Dernièrement, l'expérience a été réalisée à nouveau avec la même cavité, BCU3, mais en remplaçant l'argon par de l'hélium. En plus d'effectuer une détermination avec un second gaz, l'utilisation de l'hélium représente également un avantage qui est que ses propriétés thermophysiques peuvent être estimées *ab initio*, permettant ainsi d'approfondir la comparaison du modèle acoustique aux mesures. Cette dernière détermination est également compatible avec celles effectuées dans l'argon, confortant les travaux effectués au LCM/LNE-CNAM [110].

Comparaison internationale

En 1988, l'incertitude sur la détermination de k_B effectuée au NIST était la plus faible jamais atteinte ($U(k_B) = 1,8 \times 10^{-6}$). Depuis le début du projet de redéfinition de l'unité internationale de température, et sur la période 2008-2011, dix nouvelles déterminations ont été effectuées par les différentes techniques présentées dans l'Introduction. La figure 6.3 présente un résumé de ces déterminations. En 2010, le CODATA s'est basé sur l'ensemble de

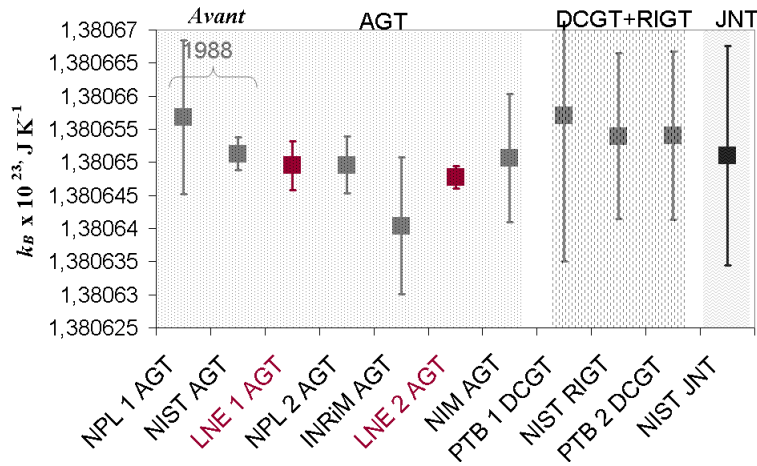


FIG. 6.3 – Comparaison internationale des déterminations de la constante de Boltzmann k_B effectuées par les différentes méthodes utilisées actuellement. AGT : mesure de la vitesse du son dans l'argon ou dans l'hélium - DCGT : mesure de la constante diélectrique de l'hélium - RIGT : mesure de l'indice de réfraction de l'hélium - JNT : mesure du bruit Johnson. La cinquième méthode n'est pas représentée ici car l'écart relatif avec la valeur moyenne pondérée de cette figure est supérieur à 10×10^{-6} .

ces travaux sur la détermination de la constante de Boltzmann pour effectuer une nouvelle évaluation de k_B [111]. Ainsi, il recommande à l'heure actuelle, et jusqu'à la prochaine évaluation en 2014, la valeur de k_B obtenue à par une moyenne des déterminations pondérées par leur incertitude est la suivante

$$k_{B,2012} = 1,3806488(13) \times 10^{-23} \text{ J.K}^{-1},$$

c'est à dire avec une incertitude relative de $9,1 \times 10^{-7}$.

L'obtention d'une incertitude inférieure à 10^{-6} sur la valeur de k_B est donc atteinte ce qui correspond à un des objectifs fixés pour la redéfinition de l'unité internationale de température. Cependant, les travaux reportés par Pitre et al. dans [65, 32], dont les résultats sont représentés sur la figure 6.3 (LNE 1 et LNE 2), ont un poids statistique de plus de 60% sur cette évaluation. De plus, est basée sur les méthodes acoustiques. À terme, pour que le kelvin puisse être défini à partir de la constante de Boltzmann, il sera nécessaire que l'évaluation de k_B soit effectuée grâce aux déterminations basées sur d'autres principes de la physique, mais aussi réalisées dans d'autres laboratoires. L'enthousiasme généré par l'ensemble de ces derniers résultats et l'intérêt de la communauté internationale de métrologie

CONCLUSION

pour cette thématique font que, ces deux critères seront sans nul doute atteints dans les prochaines années.

Pour finir, la constante des gaz parfaits étant liée à la constante de Boltzmann par le nombre d'Avogadro, la valeur de R recommandée par le CODATA dorénavant est

$$R_{2012} = 8,3144621(75)\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1},$$

c'est à dire avec une incertitude relative de $9,1 \times 10^{-7}$.

CONCLUSION

Perspectives

L'expérience acquise depuis le début du projet au LCM/LNE-CNAM en 2006 a permis de concevoir des résonateurs de plus en plus adaptés à la thermométrie acoustique dans les gaz. Prochainement, des isothermes seront effectuées avec un nouveau résonateur, BCU4, de volume intérieur de 3,1 L. Les études sur les vibrations de la coque et sur l'effet du débit seront poursuivies afin d'améliorer la modélisation des effets perturbateurs. La figure 6.4 présente une photographie de BCU4.

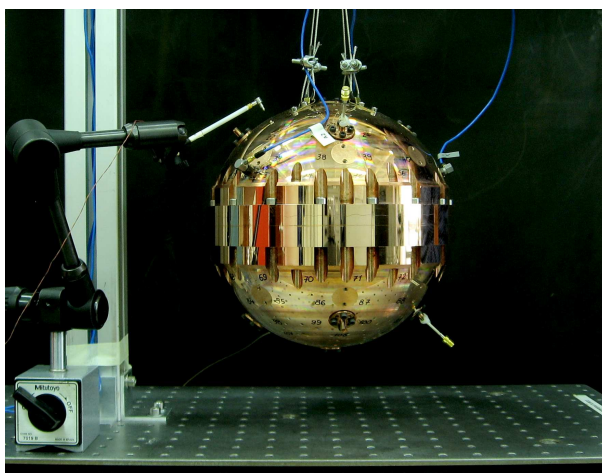


FIG. 6.4 – Photographie du résonateur BCU4 (rayon $a = 0,09$ m) lors de la mesure de la réponse impulsionnelle de sa coque.

Son rayon intérieur équivalent est de 0,09 m. L'utilisation d'un résonateur plus grand va permettre de diminuer l'effet des couches limites thermiques sur les mesures des fréquences de résonance de la cavité d'un facteur 0,8.

À terme, ces instruments seront utilisés comme thermomètres primaires. En effet, lorsque k_B sera fixée, la température thermodynamique pourra être mesurée de manière continue sur une large gamme allant de 2 K à 450 K en ce qui concerne le LCM/LNE-CNAM, jusqu'à 1000 K pour d'autres laboratoires métrologique nationaux.

CONCLUSION

Liste des tableaux

1	Liste des participants du CCT-K7	23
1.1	Valeurs propres, classées de manière croissante, de modes radiaux ($l = 0$), ainsi que non radiaux ($l \neq 0$).	50
2.1	Propriétés thermophysiques de He, Ne, Ar, Kr et Xe à $P = 0,1$ MPa et $T = 273,16$ K [42, 43].	58
2.2	Estimation du coefficient d’accommodation thermique h à $T = 273,16$ K, pour une surface en cuivre et pour différents gaz monoatomiques [42].	60
2.3	Dimensions des tubes de la configuration expérimentales	73
2.4	Décalage fréquentiel dû à la non-sphéricité du résonateur acoustique	76
2.5	Propriétés mesurées sur un échantillon du même cuivre électrolytique Cu-a1 utilisé pour la réalisation du résonateur [64]	78
3.1	Concentration des impuretés présentes dans le cuivre Cu-a1.	89
3.2	Valeur des coefficients ϵ_1 et ϵ_2 obtenus après deux méthodes d’assemblage des hémisphères	97
3.3	Rayon équivalent obtenu par spectroscopie électromagnétique	101
3.4	Comparaison des valeurs du rayon équivalent obtenus par deux méthodes	105
4.1	Vitesse du son estimée à l’aide du logiciel RefProp [42] dans trois gaz (argon, hélium et air) à $273,16$ K et à $293,16$ K, à $P = 0,1$ MPa	108
4.2	Valeur des résistances électriques et des sensibilités des quatre CSPRT utilisées ainsi que celles de la résistance étalon, à courant nul.	113
4.3	Tableau récapitulant les dimensions des conduits à section circulaire disposés en amont et en aval du résonateur	118
4.4	Concentration des impuretés présentes dans l’argon ALPHAGAZ 2 (données d’Air Liquide)	120
4.5	Masse molaire des isotopes stables de l’argon, et leur proportion dans le gaz utilisé pour cette expérience [88]	120
4.6	Mesure réalisée par l’IRMM de la concentration des impuretés présentes dans l’argon ALPHAGAZ 2 utilisé au LCM/LNE-CNAM [88]	121

4.7	Température des points de congélations des principaux éléments piégés par le <i>cold trap</i>	121
4.8	Paramètres d'ajustement de la fonction empirique définie à l'équation 4.28 : coefficients Q_1 , Q_2 , Q_3 , et Q_4	140
5.1	Tableau récapitulatif des effets qui sont estimés lors de la première étape consistant à corriger les données acoustiques expérimentales	158
5.2	Définitions des deux fonctions polynomiales utilisées pour ajuster les données $u_{0n}^2(T_{PTE}, P)$	159
5.3	Tableau présentant les valeurs du coefficient d'accommodation thermique h calculé à l'aide des fonctions définies dans le tableau 5.2, après moyennage sur les modes (0,2), (0,3) et (0,4), des deux isothermes réalisées au LCM/LNE-CNAM	160
5.4	Comparaison entre les estimations de la fréquence f_{coque} du mode de respiration ainsi que du coefficient de compressibilité κ obtenus par ajustement de ces paramètres	165
5.5	Tableau récapitulatif des effets qui engendrent une dissipation énergétique sur le champ acoustique à l'intérieur du résonateur	168
5.6	Résultats des extrapolations à pression nulle des excès de largeur à mi-hauteur Δg_{0n} des modes $0n$ étudiés et pour les deux isothermes.	169
5.7	Résultats des extrapolations à pression nulle des excès de largeur à mi-hauteur Δg_{0n} des modes $0n$ étudiés et pour les deux isothermes. Comparaison des deux modèles au 2 nd ordre de grandeur des couches limites thermiques.	172
5.8	Définitions des deux fonctions polynomiales utilisées pour l'estimation de $u_{0n}^2(T_{PTE}, 0)$	173
5.9	Résultats des estimations du coefficients A_0 obtenus avec les fonctions $G_1(P)$ et $G_2(P)$ pour les deux isothermes.	176
5.10	Résultats des estimations du coefficients A_1 obtenus avec les fonctions $G_1(P)$ et $G_2(P)$ pour les deux isothermes.	177
5.11	Résultats des estimations du coefficients A_2 obtenus avec les fonctions $G_1(P)$ et $G_2(P)$ pour les deux isothermes.	177
5.12	Résultats des estimations du coefficients A_0 obtenus avec la fonction $G_2(P)$ pour les deux isothermes.	177
6.1	Valeurs de la constante de Boltzmann k_B pour chaque isotherme, obtenues avec la fonction polynomiale d'ajustement $G_1(P)$ définie dans le tableau 5.8.	182
6.2	Bilan d'incertitude sur la mesure de T_{PTE} lors des deux isothermes réalisées au LCM/LNE-CNAM.	184
6.3	Bilan d'incertitude sur la détermination de M lors des deux isothermes réalisées au LCM/LNE-CNAM.	185
6.4	Bilan d'incertitude sur l'estimation de $u^2(T_{PTE}, 0)$ lors des deux isothermes réalisées au LCM/LNE-CNAM.	188

Table des figures

1	Schéma d'une cellule point triple de l'eau utilisée pour l'étalonnage des thermomètres à 273,16 K. La longueur ainsi que le volume de l'emplacement du thermomètre varient entre fabricants	22
2	Différence en température entre celle des références nationales et celle du BIPM. Les barres d'incertitudes comprennent l'incertitude de comparaison avec le BIPM ainsi que celles provenant de la calibration des références nationales	24
3	Schéma du principe de mesure de la constante diélectrique de l'hélium par comparaison avec celle du vide (tiré de [11])	26
4	(à gauche) Schéma du principe de mesure de l'indice de réfractivité de l'hélium.(à droite) Photographie du résonateur électromagnétique (tiré de [12])	27
5	Schéma du principe de mesure de la largeur d'absorption constante diélectrique de l'hélium par comparaison avec celle du vide (tiré de [15])	29
1.1	Schéma du problème acoustique	45
1.2	Représentation en 3D du champ de pression acoustique normalisé dans une cavité sphérique pour différents modes de résonance radiaux $(0,n)$	47
1.3	Représentation en 3D du champ de pression acoustique normalisé dans une cavité sphérique pour différents modes de résonance non radiaux (l,n)	49
2.1	Schéma simplifié du résonateur	54
2.2	Estimation pour les modes $(0,2)$ à $(0,9)$ du décalage fréquentiel Δf_{0n}^p , et de la largeur à mi-hauteur Δg_{0n}^p , dû aux couches limites thermiques dans de l'argon pour un résonateur sphérique de rayon $a = 0,05$ m, à $T = 273,16$ K.	56
2.3	Contribution du rayon sur l'effet des couches limites thermiques Δf_{0n}^p , normalisé pour une sphère de rayon $a = 0,05$ m.	57
2.4	Décalage fréquentiel pour le mode $(0,2)$ Δf_{02}^p dû aux couches limites thermiques en fonction de la pression statique P , estimé pour différents gaz monoatomiques.	57
2.5	Décalage fréquentiel dû à la discontinuité de température entre le gaz et la paroi du résonateur, à l'interface $(r = a)$, pour de l'argon et à $T = 273,16$ K.	60

TABLE DES FIGURES

2.6	Décalage fréquentiel $\Delta f_{0n}^{p'}$ dû au saut de température en paroi du résonateur en fonction de la pression statique P , estimé pour différents gaz monoatomiques.	61
2.7	Largeur à mi-hauteur g_{0n}^{vh}/f_{0n} due à la dissipation énergétique liée à la propagation des ondes acoustiques dans un volume d'argon, à $T = 273,16$ K	62
2.8	Contributions de cinq gaz monoatomiques sur la largeur à mi-hauteur du mode (0,2)	63
2.9	Décalage fréquentiel $\Delta f_{0n}^{tr}/f_{0n}$ dû à la présence de deux microphones 1/4" en paroi du résonateur	65
2.10	Décalage fréquentiel Δf_{0n}^{tr} et contribution à la largeur à mi-hauteur du pic de résonance g_{0n}^{tr} dus à la présence de deux microphones 1/4" (type 4939) en paroi du résonateur pour les modes (0,2) à (0,9), d'après les données constructeurs données dans [53]	67
2.11	Circuit équivalent du montage <i>tube simple + sphère</i>	69
2.12	Effet des tubes en fonction de la longueur du tube ($a_t = 0,254$ mm) sur le décalage fréquentiel Δf_t et la largeur à mi-hauteur g_t à $P = 0,1$ MPa et $T = 273,16$ K	70
2.13	Effet des tubes en fonction de la longueur du tube ($a_t = 0,508$ mm) sur le décalage fréquentiel Δf_t et la largeur à mi-hauteur g_t à $P = 0,1$ MPa et $T = 273,16$ K	71
2.14	Circuit équivalent du montage <i>tube double + sphère</i>	73
2.15	Corrections Δf_{0n}^t sur la fréquence f_{0n} et contribution g_{0n}^t sur la largeur à mi-hauteur du pic de résonance, dues à la présence des tubes en paroi du résonateur en fonction de la pression P et à la température $T = 273,16$ K	74
2.16	Projection cylindrique de la forme intérieure théorique de l'hémisphère nord du résonateur acoustique - à gauche, vue 3 D d'un des hémisphères du résonateur, à droite, cartographie du rayon intérieur en fonction des angles φ et θ	75
2.17	Décalage fréquentiel dû à la vibration de la coque du résonateur	78
2.18	Contribution en % des effets perturbateurs sur le modèle acoustique final pour les modes (0,2), (0,3) et (0,4)	80
2.19	Contribution en % des effets perturbateurs sur le modèle acoustique final pour les modes (0,5), (0,8) et (0,9)	81
3.1	Dessins montrant l'évolution de la forme extérieure des résonateurs conçus au LCM/LNE-CNAM durant la période [2006-2009].	88
3.2	Coupe en 3 dimensions du résonateur BCU3 (1) hémisphère nord, (2) hémisphère sud, (3) encoches servant de repères pour l'alignement angulaire des hémisphères, (4) bouchons de cuivre, (5a et 5b) bagues extérieures nord et sud servant de repères pour l'alignement vertical des hémisphères, (6) trou taraudé équipé d'Heli-Coil ®, (7) plan équatorial, (8) vis de fixation (type M5) et (9) logement cylindrique pour thermomètre.	89

TABLE DES FIGURES

3.3	Comparaison entre la forme des bouchons permettant d'équiper le résonateur de microphone, entre ceux utilisés dans les années 1980 [30] (à gauche) et ceux utilisés depuis 2006 au LCM/LNE-CNAM (à droite)	91
3.4	Dessin en perspective représentant le montage permettant d'assembler les hémisphères à l'aide d'une table plane.	92
3.5	Déformation du rayon extérieur du résonateur ainsi que du rayon intérieur la bague en PET, liée à la variation de température	94
3.6	Dessin représentant le montage permettant d'assembler les hémisphères à l'aide d'une bague en ERTALYTE ®	95
3.7	Réponse en fréquence mesurée autour du mode de résonance électromagnétique TM ₁₁ , à T=16°C et à une pression atmosphérique, dans la quasi sphère BCU3	97
3.8	Photographie montrant la pesée sur un comparateur de masse <i>Mettler Toledo AX64</i> . La sphère montrée est celle de l'équipe de la division thermodynamique de l'INRiM.	99
3.9	Valeurs du rayon a_{eq} obtenues pour les neuf modes électromagnétiques étudiés, $P = 0,1$ MPa et $T = 273,16$ K	101
3.10	Photographie de l'hémisphère nord de BCU3 positionnée sur le marbre de la machine UPMC 550 CMM	102
3.11	Projection de Winkel-Tripel de la forme intérieure de BCU3 à partir des mesures des coordonnées tridimensionnelles.	103
4.1	Variations de la vitesse du son estimée à l'aide du logiciel RefProp [42] dans deux gaz (argon, hélium) à 273,16 K et à 293,16 K, et normalisées à $P = 0,1$ MPa	108
4.2	Schéma du thermostat immergé dans le bain à température contrôlée, dans lequel le résonateur acoustique est placé : (1) refroidisseur, (2) résistance chauffante, (3) paroi du bain, (4) mélange d'eau et d'éthanol, (5) vessel à vide en acier inoxydable, (6) écran thermique en cuivre plaqué or, (7) vessel à pression en cuivre plaqué or, (8) gaz d'étude (argon ou hélium), (9) résonateur acoustique, (10) gaine thermalisée contenant les câbles électriques des instruments de mesures (11) mélangeur.	109
4.3	Schéma simplifié de la chaîne d'acquisition de la température au niveau du résonateur.	112
4.4	(a) Photographie d'un thermomètre à résistance de platine (modèle 5187L de Tinsley). (b) Schéma représentant les différents éléments d'un thermomètre à résistance de platine.	113
4.5	Schéma de la position des thermomètres dans la coque du résonateur pour les configurations C1 et C2	114
4.6	Variations de la température (points noir) et de la pression (points gris) à l'intérieur du résonateur lors de l'isotherme réalisée en mai 2009 (gauche) et celle réalisée en juillet 2009 (droite)	115

TABLE DES FIGURES

4.7	Schéma représentant les différents éléments qui constituent le système de distribution de gaz permettant de contrôler la pression ainsi que la pureté de l'argon	116
4.8	Schéma représentant les principaux éléments pris en compte pour l'analogie électro-hydraulique du système de distribution de gaz	117
4.9	Schéma électrique de l'analogie électro-hydraulique du système de distribution de gaz présenté à la figure 4.8	117
4.10	Schéma simplifié sous forme de bloc de la chaîne d'acquisition de la pression au niveau du résonateur	118
4.11	Contribution relative sur u^2 des principales impuretés pouvant être présentes dans l'argon, à $P = 0,1$ MPa et $T = 273,16$ K. Le graphique du haut concerne les impuretés qui augmenteraient u dans l'argon, celui du bas, qui la diminueraient. Il est à noter que les droites des éléments H_2O , CO et N_2 se superposent presque pour les taux de concentration présentés ici.	119
4.12	Vue en coupe et en 2 dimensions du <i>cold trap</i> utilisé en amont de la sphère .	122
4.13	Variation de ΔT sur 45 heures lorsque le <i>cold trap</i> est éteint ($t < 4$ h) et lorsqu'il est activé ($t > 4$ h)	122
4.14	Analyse de la variation de ΔT par l'écart-type d'Allan. Observation de l'activation du <i>cold trap</i> sur la purification de l'argon	123
4.15	Vue en coupe et en 2 dimensions du <i>getter</i> utilisé en amont de la sphère . .	124
4.16	Variation de ΔT sur 120 heures lorsque le <i>getter</i> est éteint ($t < 64$ h) et lorsqu'il est activé ($t > 64$ h)	125
4.17	Analyse de la variation de ΔT par l'écart-type d'Allan. Observation de l'activation du <i>getter</i> sur la purification de l'argon	126
4.18	Valeur des débits de gaz générés lors des deux isothermes réalisées en mai (gauche) et juillet (droite) 2009 au LCM/LNE-CNAM, en fonction de la pression statique P	128
4.19	Décalage fréquentiel relatif Δf^{Q_v} , normalisé à débit nul, en fonction du débit volumique Q_v , à $T = 273,16$ K et $P = 0,1$ MPa.	129
4.20	Variation du décalage fréquentiel relatif Δf^{Q_v} en fonction du temps, pour deux débits volumiques Q_v , à $T = 273,16$ K et $P = 0,1$ MPa.	130
4.21	Tracé de la pression à l'intérieur du résonateur estimée à l'aide des mesures de la permittivité diélectrique de l'argon en fonction de la pression estimée par la formule de Poiseuille, à $T = 273,16$ K.	131
4.22	Comparaison des variations en fonction du débit, des largeurs à mi-hauteur mesurées et estimées à l'aide du modèle acoustique décrit dans le chapitre 2, pour le mode 03, à $T = 273,16$ K. Pour cette expérience, la pression statique vaut $100,5 < P < 100,7$ kPa.	131
4.23	Comparaison des variations Δf^{Q_v} pour le mode (0,4) en fonction du débit pour deux températures de gaz $T = 287,66$ K et $T = 273,16$ K. Les traits pleins représentent les liens entre les valeurs moyennes des points de mesure de chaque débit.	132

TABLE DES FIGURES

4.24	Schéma en coupe représentant la simplification du champ de vitesse de l'écoulement de gaz à l'intérieur du résonateur sphérique (l'échelle des rayons n'est pas respectée)	133
4.25	Estimation du nombre de Reynolds Re du jet de gaz à l'entrée de la sphère. L'ensemble des valeurs trouvées sont très inférieures à la valeur limite de la zone de transition du régime laminaire au régime turbulent qui est $Re > 2300$. 134	
4.26	Écart local de température dus à la conversion en chaleur de l'énergie cinétique présente dans le jet	135
4.27	Décalage fréquentiel Δf^{Q_v} lié au débit en fonction de la puissance du jet estimée Π	135
4.28	Mise en évidence de l'influence de la pression statique sur l'amplitude de l'effet du débit pour P allant de 0,05 MPa à 0,4 MPa. Les traits pleins représentent les liens entre les valeurs moyennes des points de mesure de chaque débit.	137
4.29	Décalage fréquentiel sur la gamme de fréquence d'étude, à $P = 0,2$ MPa et $T = 273,16$ K. L'amplitude de l'effet ne dépend pas de la fréquence du signal. 138	
4.30	Résultats de l'ajustement de la fonction définie à l'équation 4.28, aux données provenant de l'étude de l'effet du débit pour P allant de 0,05 MPa à 0,4 MPa. Les traits pleins représentent la fonction ajustée.	139
4.31	Réponse en fréquence d'un microphone Type 4938 sans la grille (B&K) dans de l'argon à $T = 273$ K et pour différentes pressions statiques (tiré de [52]) .	141
4.32	Dessins représentant (a) schématiquement les éléments de la capsule du transducteur utilisé et (b) sa position en paroi du résonateur.	142
4.33	Coupes en 3 dimensions des champs de pression des modes (0,2) et (3,1). . .	143
4.34	Réponses en fréquence entre 4400 Hz et 4440 Hz de BCU3 : (en haut) études théoriques lorsque les transducteurs sont positionnés en vis à vis aux pôles des hémisphères, lorsqu'un des transducteur est placé dans un nœud de pression du mode (3,1). (en bas) comparaison de la réponse en fréquence théorique et celle expérimentale reprenant la préconisation de [98].	144
4.35	Diagramme sous forme de blocs des différents éléments qui composent la chaîne d'acquisition des mesures acoustiques	145
4.36	Représentation sous forme d'une aire, de l'estimation du facteur de qualité Q en fonction de la pression statique. La dépendance fréquentielle de Q est délimitée par la courbe inférieure, correspondant au mode (0,2), et par la courbe supérieure, correspondant au mode (0,9).	146
4.37	Estimation du décalage fréquentiel en fonction du facteur de qualité Q si celui-ci n'est pas pris en compte dans l'équation 4.29	147
4.38	(haut) Ajustement des courbes de résonance pour le mode (0,3) à $T = 273,16$ K et à $P = 0,2$ MPa. (bas) Résidu	148
4.39	Dessins représentant (a) schématiquement une antenne micro-onde <i>droite</i> , une antenne micro-onde <i>bobine</i> et (c) leur position en paroi du résonateur. .	149

TABLE DES FIGURES

4.40 Diagramme sous forme de blocs des différents éléments qui composent la chaîne d'acquisition des mesures électromagnétiques. 149

4.41 (haut) Ajustement des courbes de résonance pour le mode TM11 à $T = 273,16$ K et à $P = 0,2$ MPa. (bas) Résidu 150

5.1 Réponse en fréquence entre 3000 et 30000 Hz dans l'air à pression ambiante et à $T = 20^\circ\text{C}$, (en haut) de la coque du résonateur LCU pour un seul et unique impact et caractérisée par trois accéléromètres [104] (en bas) de la coque du résonateur BCU3 pour un seul et unique impact et caractérisée par deux accéléromètres [105] 162

5.2 Évolution des largeurs à mi-hauteur expérimentales pour les modes (0,n) étudiés lors d'une descente en température de 12°C à -4°C . La zone de mesure en température pour la détermination de k_B est délimitée par l'aire orange. 163

5.3 Seconds coefficients du viriel acoustique β_1 pour les différents modes (0,n) d'étude. (en haut) Ajustement des données expérimentales par la fonction $\beta_{ajustement}(f)$ pour les quatre premiers modes. (en bas) Résidus 164

5.4 Schématisation des différentes étapes du traitement des données expérimentales avant estimation de $u_{0n}^2(T_{PTE}, 0)$ 167

5.5 Excès de largeur à mi-hauteur $2 \times \Delta g_{0n}$ obtenus à partir des données de la première isotherme (mai 2009) 169

5.6 Excès de largeur à mi-hauteur $2 \times \Delta g_{0n}$ obtenus à partir des données de la seconde isotherme (juillet 2009) 170

5.7 Excès de largeur à mi-hauteur du mode 04 pour chaque isotherme. Comparaison entre le modèle des corrections au 1^{er} et 2nd ordre de grandeur 171

5.8 Résidus obtenus après ajustement par la fonction $G_1(P)$ des données expérimentales des deux isothermes effectuées au LCM/LNE-CNAM pour les modes (0,2) à (0,5) 174

5.9 Résidus obtenus après ajustement par la fonction $G_1(P)$ des données expérimentales des deux isothermes effectuées au LCM/LNE-CNAM pour les modes (0,8) et (0,9) 175

5.10 Comparaison des valeurs des coefficients A_0 estimés par la méthode des moindres carrés linéaires des fonctions d'ajustement $G_1(P)$ et $G_2(P)$. (à droite) isotherme n°1 (à gauche) isotherme n°2 176

5.11 Comparaison des valeurs des coefficients A_1 estimés par la méthode des moindres carrés linéaires des fonctions d'ajustement $G_1(P)$ et $G_2(P)$. (à droite) isotherme n°1 (à gauche) isotherme n°2 177

5.12 Comparaison des valeurs des coefficients A_2 estimés par la méthode des moindres carrés linéaires des fonctions d'ajustement $G_1(P)$ et $G_2(P)$. (à droite) isotherme n°1 (à gauche) isotherme n°2 178

5.13 Comparaison des valeurs des coefficients A_3 estimés par la méthode des moindres carrés linéaires de la fonction d'ajustement $G_2(P)$ 178

TABLE DES FIGURES

6.1	Valeurs de la constante de Boltzmann k_B pour chaque mode étudié lors de la première et de la seconde isotherme et pour la fonction polynomiale d'ajustement $G_1(P)$ définie dans le tableau 5.8. Les traits pleins représentent la moyenne non-pondérée des valeurs par graphique ; les droites en pointillés représentent l'écart type associé.	182
6.2	Comparaison des déterminations de la constante de Boltzmann k_B effectuée par voie acoustique au NIST en 1988 avec de l'argon [30], au LCM en 2009 avec de l'hélium et un autre résonateur (LCM1 [65]), en 2010 avec de l'argon et le résonateur décrit dans cette étude (LCM2 [32]), ainsi qu'en 2012 (LCM2b, analyse effectuée dans cette thèse à partir du même jeu de données que pour LCM2)	189
6.3	Comparaison internationale des déterminations de la constante de Boltzmann k_B effectuées par les différentes méthodes utilisées actuellement. AGT : mesure de la vitesse du son dans l'argon ou dans l'hélium - DCGT : mesure de la constante diélectrique de l'hélium - RIGT : mesure de l'indice de réfraction de l'hélium - JNT : mesure du bruit Johnson. La cinquième méthode n'est pas représentée ici car l'écart relatif avec la valeur moyenne pondérée de cette figure est supérieur à 10×10^{-6}	196
6.4	Photographie du résonateur BCU4 (rayon $a = 0,09$ m) lors de la mesure de la réponse impulsionnelle de sa coque.	199

TABLE DES FIGURES

Bibliographie

- [1] CGPM. 14^e Conférence Générale des Poids et Mesures - texte des résolutions adoptées, 1971.
- [2] CIPM. Comité International des Poids et Mesures - texte des recommandations, 2005.
- [3] I. M. Mills, P. J. Mohr, T. J. Quinn, Taylor B. N., and E. R. Williams. Redefinition of the kilogram, ampere, kelvin and mole : a proposed approach to implementing CIPM recommendation 1 (CI-2005). *Metrologia*, 43 :227–246, 2006.
- [4] CGPM. 21^e Conférence Générale des Poids et Mesures - texte des résolutions adoptées, 1999.
- [5] CGPM. 17^e Conférence Générale des Poids et Mesures - texte des résolutions adoptées, 1983.
- [6] CGPM. 24^e Conférence Générale des Poids et Mesures - texte des résolutions adoptées, 2011.
- [7] CGPM. 10^e Conférence Générale des Poids et Mesures - texte des résolutions adoptées, 1954.
- [8] CGPM. 13^e Conférence Générale des Poids et Mesures - texte des résolutions adoptées, 1967.
- [9] J.R. De Laeter, J.K. Böhlke, P. De Bièvre, H. Hidaka, H.S. Peiser, K.J.R. Rosman, and P.D.P. Taylor. Atomic weights of the elements : Review 2000. *Pure Appl. Chem*, 75(6) :683–800, 2003.
- [10] M. Planck. Ueber das gesetz der energieverteilung im normalspectrum. *Annalen der Physik*, 309(3) :553–563, 1901.
- [11] B. Fellmuth, J. Fischer, C. Gaiser, O. Jusko, T. Priruenrom, W. Sabuga, and T. Zandt. Determination of the Boltzmann constant by dielectric-constant gas thermometry. *Metrologia*, 48 :382, 2011.
- [12] J.W. Schmidt, R.M. Gavioso, E.F. May, and M.R. Moldover. Polarizability of helium and gas metrology. *Physical review letters*, 98(25) :254504, 2007.
- [13] S.P. Benz, A. Pollarolo, J. Qu, H. Rogalla, C. Urano, W.L. Tew, P.D. Dresselhaus, and D. White. An electronic measurement of the Boltzmann constant. *Metrologia*, 48 :142, 2011.
- [14] C.J. Bordé. Base units of the SI, fundamental constants and modern quantum physics. *Philosophical Transactions of the Royal Society A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 363(1834) :2177–2201, 2005.

- [15] C. Daussy and C. Chardonnet. La constante de Boltzmann mesurée par spectroscopie laser. *Images de la physique*, pages 80–85, 2006.
- [16] G. Casa, A. Castrillo, G. Galzerano, R. Wehr, A. Merlone, D. Di Serafino, P. Laporta, and L. Gianfrani. Primary gas thermometry by means of laser-absorption spectroscopy : determination of the Boltzmann constant. *Physical review letters*, 100(20) :200801, 2008.
- [17] A. Castrillo, G. Casa, A. Merlone, G. Galzerano, P. Laporta, and L. Gianfrani. On the determination of the boltzmann constant by means of precision molecular spectroscopy in the near-infrared. *Comptes Rendus Physique*, 10(9) :894–906, 2009.
- [18] Y.R. Sun, H. Pan, C.F. Cheng, A.W. Liu, J.T. Zhang, and S.M. Hu. Application of cavity ring-down spectroscopy to the Boltzmann constant determination. *Optics Express*, 19(21) :19993–20002, 2011.
- [19] G.W. Truong, J.D. Anstie, T.M. Stace, E.F. May, and A.N. Luiten. Precision laser absorption spectroscopy for primary thermometry. In *International Quantum Electronics Conference*. Optical Society of America, 2011.
- [20] CODATA. Committee on Data for Science and Technology. <http://physics.nist.gov/cgi-bin/cuu/Value?k>, 2011. Mis en ligne et consulté le 2 juin 2011.
- [21] E.W. Barrett and V.E. Suomi. Preliminary report on temperature measurement by sonic means. *Journal of Atmospheric Sciences*, 6 :273–276, 1949.
- [22] J.H. Apfel. Acoustic thermometry. *Review of Scientific Instruments*, 33(4) :428–430, 1962.
- [23] M. B. Ewing and J. P. M. Trusler. Primary acoustic thermometry between $T = 90$ K and $T = 300$ K. *J. Chem. Thermodynamics*, 32 :1229–1255, 2000.
- [24] M. de Podesta, G. Sutton, R. Underwood, S. Legg, and A. Steinitz. Practical acoustic thermometry with acoustic waveguides. *International Journal of Thermophysics*, pages 1–13, 2010.
- [25] R.D. Lorenz. Speed of sound in outer planet atmospheres. *Planetary and space science*, 47(1-2) :67–77, 1998.
- [26] A. Petculescu and R.M. Lueptow. Atmospheric acoustics of titan, mars, venus, and earth. *Icarus*, 186(2) :413–419, 2007.
- [27] T.G. Leighton, D.C. Finfer, and P.R. White. The problems with acoustics on a small planet. *Icarus*, 193(2) :649–652, 2008.
- [28] A. Petculescu, B. Hall, R. Fraenzle, S. Phillips, and R.M. Lueptow. A prototype acoustic gas sensor based on attenuation (L). *The Journal of the Acoustical Society of America*, 120, 2006.
- [29] T.J. Quinn, A.R. Colclough, and T.R.D. Chandler. A new determination of the gas constant by an acoustical method. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences*, 283 :367–420, 1976.
- [30] M. R. Moldover, J. P. Trusler, T. J. Edwards, J. B. Mehl, and R. S. Davis. Measurement of the universal gas constant R using a spherical acoustic resonator. *J. Res. Natl. Bur. Stand.*, 93 :85–144, 1988.

- [31] G. Sutton, R. Underwood, L. Pitre, M. de Podesta, and S. Valkiers. Acoustic resonator experiments at the triple point of water : first results for the Boltzmann constant and remaining challenges. *Int. J. Thermophys.*, 31 :1310–1346, 2010.
- [32] L. Pitre, F. Sparasci, D. Truong, A. Guillou, L. Risegari, and M.E. Himbert. Measurement of the Boltzmann Constant k_B Using a Quasi-Spherical Acoustic Resonator. *Int. J. Thermophys.*, 2011.
- [33] L.C. Lynnworth. *Ultrasonic measurements for process control : theory, techniques, applications*. Academic press, 1989.
- [34] T. Löfqvist, K. Sokas, and J. Delsing. Speed of sound measurements in gas-mixtures at varying composition using an ultrasonic gas flow meter with silicon based transducers. In *International Conference on Flow Measurement, FLOMEKO Conference*, 2003.
- [35] G. Sutton, M. de Podesta, R. Veltcheva, P. Gélât, H.D. Minh, and G. Edwards. Practical acoustic thermometry with acoustic waveguides. In *9th International Temperature Symposium, 19-23 Mars 2012, Los Angeles (Etats-Unis)*, 2012.
- [36] J.T. Zhang, H. Lin, X.J. Feng, J.P. Sun, K.A. Gillis, M.R. Moldover, and Y.Y. Duan. Progress toward redetermining the boltzmann constant with a fixed-path-length cylindrical resonator. *International Journal of Thermophysics*, pages 1–33, 2011.
- [37] C. Zhang, Y.Y. Duan, L. Shi, M.S. Zhu, and L.Z. Han. Speed of sound, ideal-gas heat capacity at constant pressure, and second virial coefficients of HFC-227ea. *Fluid phase equilibria*, 178(1) :73–85, 2001.
- [38] M. Bruneau. *Manuel d’acoustique fondamentale*. HERMES, Paris, 2 edition, 1998.
- [39] G. R. Kirchhoff. Über die einfluss der wärmeleitung in einem gase auf die schallbewegung. *Annalen der Physik Leipzig*, 134 :177–193, 1868.
- [40] M. Bruneau. Acoustique des cavités : modèles et applications. *Le Journal de Physique IV*, 4(C5) :675–684, 1994.
- [41] C. Guianvarc’h, L. Pitre, M. Bruneau, and A.-M. Bruneau. Acoustic field in a quasi-spherical resonator : unified perturbation model. *J. Acoust. Soc. Am.*, 125 :1416–1425, 2009.
- [42] NIST. Logiciel RefProp version 8. <http://www.nist.gov>, 2011.
- [43] E.F. May, M.R. Moldover, R.F. Berg, and J.J. Hurly. Transport properties of argon at zero density from viscosity-ratio measurements. *Metrologia*, 43 :247, 2006.
- [44] M.B. Ewing, M.L. McGlashan, and J.P.M. Trusler. The temperature-jump effect and the theory of the thermal boundary layer for a spherical resonator. Speeds of sound in argon at 273.16 K. *Metrologia*, 22(2) :93, 2005.
- [45] J.P.M. Trusler. *Physical Acoustics and Metrology of Fluids*. Adam Hilger, Bristol, 1 edition, 1991.
- [46] S. Song and M.M. Yovanovich. Correlation of thermal accommodation coefficient for ‘engineering’ surfaces. In American Society of Mechanical Engineers, editor, *22th National Heat Transfer Conference and Exhibition, Pittsburgh, PA, 9-12 août 1987 (A88-18501 05-34)*, volume 1, pages 107–116, 1987.

- [47] F.O. Goodman. Theory of scattering of He by AW (112) surface. *Surface Science*, 70(1) :578–584, 1978.
- [48] JR Burke and DJ Hollenbach. The gas-grain interaction in the interstellar medium—thermal accommodation and trapping. *The Astrophysical Journal*, 265 :223–234, 1983.
- [49] J. B. Mehl, M. R. Moldover, and L. Pitre. Designing quasi-spherical resonators for acoustic thermometry. *Metrologia*, 41 :295–304, 2004.
- [50] M. Rossi. *Audio*. Presses polytechniques et universitaires romandes, Lausanne, 1 edition, 2007.
- [51] M. Bruneau, A.-M. Bruneau, Z. Škvor, and P. Lotton. An equivalent network modelling the strong coupling between a vibrating membrane and a fluid film. *Acta Acustica*, 2(C5) :223–232, 1994.
- [52] C. Guianvarc’h, R. M. Gavioso, G. Benedetto, L. Pitre, and M. Bruneau. Characterization of condenser microphones under different environmental conditions for accurate speed of sound measurements with acoustic resonators. *Rev. Sci. Instrum.*, 80 :074901 1–10, 2009.
- [53] V.C. Henriuez. *Numerical transducer modeling*. PhD thesis, Technical University of Denmark, rsted DTU, Acoustic Technology, 2002.
- [54] M. R. Moldover, S. J. Boyes, C. W. Meyer, and A. R. H. Goodwin. Thermodynamic temperatures of the triple points of mercury and gallium and in the interval 217 K to 303 K. *J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol.*, 104 :11–46, 1999.
- [55] G. F. Strouse, D. R. Defibaugh, M. R. Moldover, and D. C. Ripple. Progress in primary acoustic thermometry at NIST : 273 K to 505 K. In American Institute of Aeronautics and Astronautics, editors, *8th Temperature Symposium, Chicago (Etats-Unis), 2124 Octobre 2002*, number 8 in AIP 2003, pages 31–36, 2003.
- [56] K. A. Gillis, H. Lin, and M. R. Moldover. Perturbations from ducts on the modes of acoustic thermometers. *J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol.*, 114 :263–285, 2009.
- [57] K.A. Gillis, J.B. Mehl, and M.R. Moldover. Theory of the Greenspan viscometer. *J. Acoust. Soc. Am.*, 114 :166–173, 2003.
- [58] O.K. Mawardi. On the propagation of sound waves in narrow conduits. *Journal of the Acoustical Society of America*, 21(5) :482–486, 1949.
- [59] M.B. Ewing and A.R.H. Goodwin. Speeds of sound, perfect-gas heat capacities, and acoustic virial coefficients for methane determined using a spherical resonator at temperatures between 255 K and 300 K and pressures in the range 171 kPa to 7.1 MPa. *The Journal of Chemical Thermodynamics*, 24(12) :1257–1274, 1992.
- [60] J.B. Mehl. Acoustic eigenvalues of a quasispherical resonator : Second order shape perturbation theory for arbitrary modes. *Journal Of Research - National Institute Of Standards And Technology*, 112(3) :163, 2007.
- [61] James B. Mehl. Spherical acoustic resonator : Effects of shell motion. *J. Acoust. Soc. Am.*, 78 :782–788, 1985.
- [62] R.J. Roark. *Formulas for stress and strain*. McGraw-Hill, New York, 4 edition, 1965.

- [63] L. Pitre, M.R. Moldover, and W.L. Tew. Acoustic thermometry : new results from 273 K to 77 K and progress towards 4 K. *Metrologia*, 43 :142, 2006.
- [64] S. Lago and P.A. Giuliano Albo. Mechanical property measurements of copper at $T = 296,93$ K. Private Communication, 2009.
- [65] L. Pitre, C. Guianvarc'h, F. Sparasci, A. Guillou, D. Truong, Y. Hermier, and M.E. Himbert. An improved acoustic method for the determination of the Boltzmann constant at LNE-INM/CNAM. *C. R. Physique*, 10 :835–848, 2009.
- [66] G. Esper, W. Lemming, W. Beckermann, and F. Kohler. Acoustic determination of ideal gas heat capacity and second virial coefficient of small hydrocarbons. *Fluid Phase Equilibria*, 105 :173–192, 1995.
- [67] R. M. Gavioso, G. Benedetto, P.A. Giuliano Albo, A. Merlone, R. Cuccaro, D. Madonna Ripa, and F. Moro. Determination of the Boltzmann constant with a misaligned resonator. IV International Workshop on Progress in Determining the Boltzmann Constant, 22-24 September 2009, Turin (Italie), 2009.
- [68] R. Underwood, S. Davidson, M. Perkin, P. Morantz, G. Sutton, and M. de Podesta. Pycnometric volume measurement of a quasispherical resonator. *Metrologia*, 49(3) :245–256, 2012.
- [69] M. de Podesta, G. Sutton, R. Underwood, M. Perkin, S. Davidson, and P. Morantz. Assessment of uncertainty in the determination of the boltzmann constant by an acoustic technique. *International Journal of Thermophysics*, 32 :413–426, 2011.
- [70] E. F. May. Microwave and coordinate measurements of the shape and volume of quasi-spherical resonators. Final Report for the National Physical Laboratory, UK, 2007.
- [71] E.F. May, L. Pitre, J.B. Mehl, M.R. Moldover, and J.W. Schmidt. Quasi-spherical cavity resonators for metrology based on the relative dielectric permittivity of gases. *Review of scientific instruments*, 75(10) :3307–3317, 2004.
- [72] T. Hozumi, T. Koga, H. Sato, and K. Watanabe. Sound-velocity measurements for HFC-134a and HFC-152a with a spherical resonator. *International journal of thermophysics*, 14(4) :739–762, 1993.
- [73] M. de Podesta, E. F. May, J. B. Mehl, L. Pitre, R. M. Gavioso, G. Benedetto, P. A. Giuliano Albo, D. Truong, and D. Flack. Characterization of the volume and shape of quasi-spherical resonators using coordinate measurement machines. *Metrologia*, 47 :588–604, 2010.
- [74] M. Tanaka, G. Girard, R. Davis, A. Peuto, and N. Bignell. Recommended table for the density of water between 0°C and 40°C based on recent experimental reports. *Metrologia*, 38 :301, 2001.
- [75] L. A. Guildner, H. F. Stimson, E. R. Edsinger, and R. C. Anderson. An accurate mercury manometer for the NBS gas thermometer. *Metrologia*, 6(1), 1970.
- [76] M. R. Moldover, M. Waxman, and M. Greenspan. Spherical acoustic resonators for temperature and thermophysical property measurements. *High Temperature High Pressures*, 11 :75–86, 1979.
- [77] J.B. Mehl and M.R. Moldover. Measurement of the ratio of the speed of sound to the speed of light. *Physical Review A*, 34(4) :3341, 1986.

- [78] J.B. Mehl. Second-order electromagnetic eigenfrequencies of a triaxial ellipsoid. *Metrologia*, 46 :554–559, 2009.
- [79] J.B. Mehl. Acoustic eigenvalues of quasispherical resonators : beyond the triaxial ellipsoid approximation. *International Journal of Thermophysics*, 31(7) :1259–1272, 2010.
- [80] R.J. Underwood, J.B. Mehl, L. Pitre, G. Edwards, G. Sutton, and M. de Podesta. Waveguide effects on quasispherical microwave cavity resonators. *Measurement Science and Technology*, 21 :075103, 2010.
- [81] P.A. Giuliano Albo. INRIM, Communication privée. 2010.
- [82] R. Underwood, D. Flack, P. Morantz, G. Sutton, P. Shore, and M. de Podesta. Dimensional characterization of a quasispherical resonator by microwave and coordinate measurement techniques. *Metrologia*, 48(1) :1, 2010.
- [83] E.W. Lemmon, R.T. Jacobsen, S.G. Penoncello, and D.G. Friend. Thermodynamic properties of air and mixtures of nitrogen, argon, and oxygen from 60 to 2000 K at pressures to 2000 MPa. *Journal of Physical and Chemical Reference Data*, 29(3) :331–386, 2000.
- [84] M. Stock, S. Solve, D. Campo, V. Chimenti, E. Méndez-Lango, H. Liedberg, PPM Steur, P. Marcarino, R. Dematteis, E. Filipe, et al. Final report on CCT-K7 : Key comparison of water triple point cells. *Metrologia*, 43, 2006.
- [85] D.R. White, M. Ballico, V. Chimenti, S. Duris, E. Filipe, A. Ivanova, A. Kartal Dogan, E. Mendez-Lango, C. Meyer, F. Pavese, A. Peruzzi, E. Renaot, S. Rudtsch, and K. Yamazawa. Uncertainties in the realisation of the sprt subranges of the ITS-90. Rapport du Comité Consultatif pour la Thermométrie (CCT) du BIPM, 2009.
- [86] D.C. Ripple, D.R. Defibaugh, M.R. Moldover, and G.F. Strouse. Techniques for primary acoustic thermometry to 800 K. In *8th Temperature Symposium, Chicago(Etats-Unis), 21-24 Octobre 2002*, number 8 in AIP 2003, pages 25–30, 2003.
- [87] W. Van Dael. *Thermodynamic Properties and Velocity of Sound*. Butterworths, Londres, 1 edition, 1975.
- [88] S. Valkiers, D. Vendelbo, M. Berglund, and M. de Podesta. Preparation of argon primary measurement standards for the calibration of ion current ratios measured in argon. *International Journal of Mass Spectrometry*, 291(1-2) :41–47, 2010.
- [89] W.M. Haynes. *CRC Handbook of Chemistry and Physics*. CRC Press, 91 edition, 2010.
- [90] D.W. Allan. Time and frequency (time-domain) characterization, estimation, and prediction of precision clocks and oscillators. *Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control, IEEE Transactions on*, 34(6) :647–654, 1987.
- [91] S. Kasthuriengan, S. Jacob, R. Karunanithi, and A. Karthikeyan. Helium gas purity monitor based on low frequency acoustic resonance. *Czechoslovak Journal of Physics*, 46 :2779–2780, 1996.
- [92] A. Guillou, L. Pitre, D. Truong, F. Sparasci, and C. Guianvarc’h. BCU2V2 (2007) to BCU3 (2009) : The improvements made in our last apparatus for the boltzmann’s constant redetermination with an acoustic method. IV International Workshop on

- Progress in Determining the Boltzmann Constant, 22-24 septembre 2009, Turin (Italie), 2009.
- [93] M. de Podesta, G. Sutton, R. Underwood, S. Bell, M. Stevens, T. Byrne, and P. Josephs-Franks. Outgassing of water vapour, and its significance in experiments to determine the boltzmann constant. *Metrologia*, 48 :L1–L6, 2011.
- [94] A. Revuelta, AL Sánchez, and A. Linan. Confined axisymmetric laminar jets with large expansion ratios. *Journal of Fluid Mechanics*, 456 :319–352, 2002.
- [95] L. Pitre and A. Guillou. LCM/LNE-CNAM, communication privée. 2012.
- [96] A. Guillou, L. Pitre, D. Truong, and F. Sparasci. New determination of the boltzmann constant with an acoustic spherical resonator filled with argon. In *1st EAA EuroRegion, Congress on Sound And Vibration, 15-18 septembre 2010, Ljubljana (Slovénie)*, 2010.
- [97] A. Guillou, L. Pitre, F. Sparasci, D. Truong, L. Risegari, and M.E. Himbert. Experimental characterization of a 10^{-6} relative amplitude flow effect on the speed of sound measurement inside an acoustic quasispherical resonator. In *19th International Congress on Sound And Vibration, 8-12 juillet 2012, Vilnius (Lituanie)*, 2012.
- [98] J. B. Mehl. Quasisphere : radial mode eigenfunctions. Private Communication, 2004.
- [99] K.A. Gillis, I.I. Shinder, and M.R. Moldover. Thermoacoustic boundary layers near the liquid-vapor critical point. *Physical Review E*, 70(2) :021201, 2004.
- [100] M. R. Moldover. Communication privée, 2011.
- [101] J.J. Hurly, K.A. Gillis, J.B. Mehl, and M.R. Moldover. The viscosity of seven gases measured with a greenspan viscometer. *International Journal of Thermophysics*, 24(6) :1441–1474, 2003.
- [102] M. de Podesta. NPL, communication privée. 2012.
- [103] A.R.H. Goodwin. *Thermophysical properties from the speed of sound*. PhD thesis, University College of London, 1988.
- [104] D. Truong, F. Sparasci, E. Foltête, M. Ouisse, and L. Pitre. Measuring shell resonances of spherical acoustic resonators. *International Journal of Thermophysics*, 32(1) :427–440, 2011.
- [105] D. Truong. LCM/LNE-CNAM, communication privée. 2012.
- [106] J. Piranda. Manuel d’utilisation du logiciel MODAN. Laboratoire de Mécanique Appliquée R. Chaléat, Université de Franche-Comté, Besançon, 1994.
- [107] K. A. Gillis. Second-order boundary corrections to the radial acoustic eigenvalues for a spherical cavity. Communication privée, National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, MD 20899 (Etats-Unis), 2012.
- [108] C. Guianvarc’h, L. Pitre, M. Bruneau, and A.-M. Bruneau. Acoustic field in a quasi-spherical resonator : unified perturbation model. Rapport interne pour le NPL. 2007.
- [109] JCGM 100 :2008. *Evaluation des données de mesure Guide pour l’expression de l’incertitude de mesure*. JCGM, 1 edition, 2008.
- [110] L. Pitre. LCM/LNE-CNAM, communication privée. 2012.

BIBLIOGRAPHIE

- [111] Peter J. Mohr, Barry N. Taylor, and David B. Newell. Codata recommended values of the fundamental physical constants : 2010. *Rev. Mod. Phys.*, 84 :1527–1605, Nov 2012.