HAL
open science

# Développement et caractérisation d'un réfractomètre de type Fabry-Perot pour la mesure de la pression d'un gaz

Amazigh Rezki

## To cite this version:

Amazigh Rezki. Développement et caractérisation d'un réfractomètre de type Fabry-Perot pour la mesure de la pression d'un gaz. Autre [cond-mat.other]. HESAM Université, 2023. Français. NNT : 2023HESAC028 . tel-04352332

**HAL Id: tel-04352332**

**https://theses.hal.science/tel-04352332**

Submitted on 19 Dec 2023

**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 SMI**
**Laboratoire Commun de Métrologie LNE-Cnam**

# THÈSE

présentée par : **Amazigh REZKI**

soutenue le : **11 décembre 2023**

Pour obtenir le grade de : **Docteur d'HESAM Université**

préparée au : **Conservatoire national des arts et métiers**

Discipline : **Science des métiers de l'ingénieur**

Spécialité : **Lasers, nanosciences et métrologie**

# Développement et caractérisation d'un réfractomètre de type Fabry-Perot pour la mesure de la pression d'un gaz

**THÈSE dirigée par :**

| | |
|---|---|
| **Mme Cécile GUIANVARC'H** | Maîtresse de conférences, LOMC |
| **M. Marc HIMBERT** | Professeur Cnam, LNE-Cnam |

**Et co-encadrée par :**

| | |
|---|---|
| **M. Jean-Pierre WALLERAND** | Ingénieur de recherche, LNE-Cnam |
| **M. Zaccaria SILVESTRI** | Ingénieur de recherche, LNE-Cnam |

**Jury**

| | |
|---|---|
| **M. Roberto GAVIOSO**, Chercheur, INRiM | Rapporteur |
| **M. Vincent RONCIN**, Maître de conférences HDR, LPL | Rapporteur |
| **M. Luc CHASSAGNE**, Professeur des universités, LISV | Examinateur |
| **M. Bertrand DUBUS**, Directeur de recherche CNRS, IEMN | Examinateur |
| **M. Jean-Pierre WALLERAND**, Ingénieur de recherche, LNE-Cnam | Examinateur |
| **Mme Cécile GUIANVARC'H,** Maîtresse de conférences, LOMC | Directrice |
| **M. Marc HIMBERT,** Professeur Cnam, LNE-Cnam | Directeur |
| **M. Pierre OTAL**, Ingénieur, LNE | Invité |

**THÈSE**

À ma chère sœur Tekfa, décédée l'année dernière et qui continue de veiller sur moi de là où elle est.

# Remerciements

Je tiens tout d'abord à exprimer ma profonde gratitude envers ma directrice de thèse, Cécile GUIANVARC'H, pour m'avoir offert l'opportunité de réaliser cette thèse dans d'excellentes conditions. Son précieux soutien, ses contributions remarquables et son encadrement attentif dès le début de ma thèse ont été d'une valeur inestimable. Même après son départ pour l'Université du Havre à la fin de ma première année de thèse, elle a su trouver du temps malgré la distance et ses nombreuses responsabilités pour me guider dans mes travaux de recherche ainsi que dans la phase de rédaction, en particulier dans le domaine de l'acoustique.

J'aimerais également remercier chaleureusement Marc HIMBERT, qui a accepté à partir de la deuxième année de co-diriger cette thèse. Il m'a contribuer à une poursuite de mon travail dans de très bonnes conditions, en me facilitant entre autres les nombreuses tâches administratives.

Je voudrais exprimer ma reconnaissance envers mes encadrants, Jean-Pierre WALLERAND et Zaccaria SILVESTRI, les initiateurs de cette thèse, pour leur patience et leur suivi attentif tout au long de mon parcours. Leur expertise, tant sur le plan théorique qu'expérimental, a été d'une inestimable valeur, en particulier dans les domaines de la réfractométrie et de la métrologie des pressions. Leur confiance en me laissant une grande autonomie a considérablement enrichi mon expérience. De plus, j'ai apprécié l'ambiance chaleureuse dans laquelle ils m'ont encadré, et je leur exprime ma sincère gratitude pour cela.

Un grand merci à Luc CHASSAGNE et à Bertrand DUBUS d'avoir accepté, malgré leur charge déjà lourde, de faire partie de mon comité de suivi individuel et d'être membres du jury de cette thèse.

Je voudrais également remercier chaleureusement Roberto GAVIOSO et Vincent RONCIN pour avoir accepté, malgré les contraintes de temps, de rapporter cette thèse.

J'aimerai également remercier Gaël OBEIN et Thomas LABERDENS pour m'avoir donné l'opportunité d'enseigner en tant que vacataire au CNAM pendant deux semestres. J'ai pris un grand plaisir à assumer cette responsabilité.

À l'ensemble de mes collègues du département « Dimensionnel-Lasers » du laboratoire commun de métrologie (LNE-Cnam), je tiens à exprimer ma gratitude pour votre constante présence et votre engagement dans des discussions enrichissantes. J'adresse des remerciements spéciaux à Joffray GUILLORY et Daniel TRUONG pour leur contribution exceptionnelle.

Un sincère merci au LNE-Cnam et à l'ensemble de son personnel pour avoir mis à notre disposition les ressources essentielles à la poursuite de nos recherches. Mes remerciements vont tout particulièrement à Pierre OTAL, Djilali BENTOUATI et au personnel du département pression du LNE pour leur efficacité extraordinaire et leur aide concernant mes nombreuses demandes liées à la balance de pression à piston tournant.

Je souhaite également remercier Romain KARCHER et Paul VINCENT de la Direction des Applications Militaires du Commissariat à l'Énergie Atomique et aux Énergies Alternatives (CEA-DAM) pour leur collaboration et leur aide.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude envers mes parents, mes sœurs et mon frère pour leur soutien indéfectible tout au long de ce parcours. Votre encouragement a été une source précieuse de motivation et de réconfort.

Je tiens à remercier chaleureusement tous ceux qui ont participé directement ou indirectement à la réalisation de cette thèse.

Enfin, je souhaite exprimer ma profonde gratitude envers tous les coordinateurs et les membres des projets 18SIB04 QuantumPascal et 19ENV03 Infra-AUV EMPIR, qui ont généreusement soutenu financièrement cette recherche.

# Résumé

Ce mémoire traite du développement et de la caractérisation d'un réfractomètre de type Fabry-Perot à simple cavité fonctionnant à 532 nm, conçu pour la mesure de la pression de gaz purs entre 100 Pa à 100 kPa. L'objectif de ce nouvel instrument est d'améliorer les meilleures capacités actuelles de mesurage réalisées en France par des méthodes conventionnelles basées sur la mesure d'une force appliquée sur une surface. Dans un premier temps, les principes fondamentaux de la réfractométrie sont rappelés, en détaillant les relations entre la réfractivité d'un gaz pur, sa densité molaire et sa pression thermodynamique. Les valeurs des coefficients du viriel de densité et de réfractivité du gaz ainsi que leurs incertitudes ont été extrapolées à la longueur d'onde et température de travail du réfractomètre développé au LNE-Cnam. Après une description détaillée de la cavité Fabry-Perot, les mesures de ses paramètres intrinsèques et leurs incertitudes (coefficient de dilatation thermique, coefficient de déformation mécanique, dérive à long terme et intervalle spectral libre) sont présentées. Elles permettent de corriger les erreurs sur la mesure de pression liées aux déformations subies par la cavité pendant la procédure de mesure. Les méthodes de contrôle de la température au millikelvin, de la stabilisation de la pression du gaz ainsi que la procédure permettant de limiter les effets thermiques liés à la détente-compression du gaz sont exposées. Une caractérisation métrologique de l'instrument a permis d'établir un budget d'incertitude complet et d'identifier les améliorations à apporter pour atteindre le niveau d'incertitude des références nationales autour de la pression atmosphérique et les surpasser pour des pressions plus basses. La reproductibilité des mesures a été évaluée à 2,7 ppm. Une comparaison avec une balance de pression de référence PG7607 entre 30 kPa à 100 kPa montre un écart relatif inférieur à 8 ppm, qui est plus faible que les meilleures incertitudes actuelles. Enfin, cette thèse explore une application innovante de la réfractométrie pour la mesure de pression acoustique dans la gamme infrasonore, permettant ainsi d'établir une continuité entre les mesures de pression statique et acoustique, qui fait défaut à l'heure actuelle.

# Mots-clés

Réfractivité, interféromètre Fabry-Perot, coefficients du viriel, métrologie des pressions, thermodynamique, capteur opto-acoustique.

# Résumé en anglais

This thesis deals with the development and characterization of a single-cavity Fabry-Perot refractometer operating at 532 nm, designed to measure the pressure of pure gases between 100 Pa and 100 kPa. The aim of this new instrument is to improve on the best current measurement capabilities obtained in France by conventional methods based on the measurement of a force applied to a surface. First, the fundamental principles of refractometry are reviewed, detailing the relationships between the refractivity of a pure gas, its molar density and its thermodynamic pressure. The values of gas density and refractivity virial coefficients and their uncertainties have been extrapolated to the working wavelength and temperature of the refractometer developed at LNE-Cnam. After a detailed description of the Fabry-Perot cavity, measurements of its intrinsic parameters and their uncertainties (coefficient of thermal expansion, pressure-induced distortion coefficient, long-term drift and free spectral range) are presented. They make it possible to correct pressure measurement errors due to cavity deformations during the measurement procedure. Methods for controlling millikelvin temperature, stabilizing the gas pressure as well as limiting the thermal effects of gas expansion and compression are described. A metrological characterization of the instrument makes it possible to establish a complete uncertainty budget, and to identify the improvements needed to reach the level of uncertainty of the national references around atmospheric pressure and exceed them for lower pressures. Measurement reproducibility is assessed at 2.7 ppm. A comparison with a PG7607 reference pressure balance between 30 kPa and 100 kPa shows a relative deviation of less than 8 ppm, which is lower than the best current uncertainties. Finally, this thesis explores an innovative application of refractometry for measuring acoustic pressure in the infrasound range, enabling continuity between static and acoustic pressure measurements which is still missing nowadays.

# Keywords

Refractivity, Fabry-Perot interferometer, virial coefficients, pressure metrology, thermodynamics, opto-acoustic sensor.

# Table des matières

Remerciements ... 3
Résumé ... 5
Résumé en anglais ... 6
Table des matières ... 7
Introduction ... 16
**1. Réfractométrie : une alternative aux méthodes conventionnelles de mesure de pression d'un gaz** ... 19
**1.1. Mesure de pression basée sur la définition mécanique du pascal ... 21**
**1.2. Réfractivité et pression d'un gaz pur ... 24**
1.2.1. Indice de réfraction et densité d'un gaz : équation de Lorentz-Lorenz ... 24
1.2.2. Relation entre pression et densité d'un gaz ... 26
1.2.3. Pression thermodynamique et réfractivité d'un gaz ... 26
**1.3. Gaz adaptés à la réfractométrie et leurs coefficients du viriel ... 28**
1.3.1. Choix du gaz ... 29
1.3.2. Coefficients du viriel : techniques de mesure, valeurs et incertitudes associées ... 31
1.3.3. Réfractivité molaire de l'azote à 532 nm ... 34
1.3.3.1. Extrapolation de la réfractivité molaire en fonction de la température ... 35
1.3.3.2. Extrapolation de la réfractivité molaire en fonction de la longueur d'onde ... 36
1.3.4. Deuxième et troisième coefficients du viriel de l'azote à 532 nm ... 37
**1.4. Incertitude sur la pression thermodynamique : contribution de la réfractivité et des coefficients du viriel38**
**2. Réfractométrie par interférométrie de type Fabry-Perot** ... 41
**2.1. Interféromètre de type Fabry-Perot ... 42**
2.1.1. Principes de fonctionnement ... 42
2.1.2. Modes transverses et longitudinaux dans une cavité plan sphérique ... 44
**2.2. Exemple de mise en œuvre : le réfractomètre de type Fabry-Perot développé au LNE-Cnam 46**
2.2.1. Expression de la réfractivité d'un gaz dans un réfractomètre à simple cavité ... 48
2.2.2. Paramètres intrinsèques du réfractomètre ... 51
2.2.2.1. Dérive à long terme du réfractomètre ... 52
2.2.2.2. Coefficient de dilatation thermique linéaire ... 53
2.2.2.3. Coefficient de déformation mécanique ... 54
2.2.2.4. Intervalle spectral libre ... 56
**2.3. Réfractomètres développés dans les laboratoires nationaux de métrologie ... 58**
**3. Mesure de pression par voie optique : réalisation expérimentale au LNE-Cnam** ... 63
**3.1. Dispositif expérimental mis en œuvre et méthodes optiques associées ... 64**
3.1.1. Adaptation du faisceau gaussien à la cavité Fabry-Perot ... 65
3.1.2. Méthode d'asservissement ... 68
**3.2. Système de contrôle et de mesure de température ... 69**
3.2.1. Régulation de température ... 69

3.2.2. Résultats de mesure de la température du réfractomètre ... 72
**3.3. Stabilisation de la pression du gaz ... 73**
**3.4. Caractérisation du réfractomètre ... 75**
3.4.1. Mesure de la dérive à long terme du réfractomètre ... 76
3.4.2. Mesure du coefficient de dilatation thermique ... 77
3.4.3. Mesure du coefficient de déformation mécanique ... 79
3.4.4. Mesure de l'intervalle spectral libre ... 82
3.4.5. Mesure de la profondeur de pénétration relative ... 84
**3.5. Bilan d'incertitudes ... 85**
**4. Validations expérimentales** ... 92
**4.1. Atténuation de l'effet de l'ilot de chaleur ... 93**
**4.2. Procédure de mesure de pression thermodynamique d'un gaz ... 96**
**4.3. Reproductibilité de mesure de pression thermodynamique d'un gaz ... 99**
**4.4. Comparaison entre les résultats de mesure obtenus avec le Fabry-Perot et la balance de pression PG7607 100**
**4.5. Conclusion sur la mesure de pression statique ... 104**
**5. Application de la réfractométrie à la mesure de pression acoustique** ... 106
**5.1. Pression acoustique et grandeurs associées ... 109**
5.1.1. Spécificités des grandeurs acoustiques basses et très basses fréquences ... 109
5.1.2. Pression acoustique et variation de température en cavité fermée ... 110
5.1.3. Relation entre fréquence optique, et pression et température acoustiques ... 115
**5.2. Dispositif expérimental : choix techniques et étalonnage ... 116**
5.2.1. Cavité Fabry-Perot utilisée au LNE-Cnam pour la mesure de pression acoustique ... 117
5.2.2. Sensibilités en pression et en température du réfractomètre ... 119
5.2.3. Génération et mesure de pression acoustique ... 120
**5.3. Validation du réfractomètre par comparaison avec deux capteurs de référence ... 120**
Conclusion et perspectives ... 125
**Annexe A.** Réfractivité d'un gaz pur ... 127
**Annexe B.** Réfractivité et densité d'un gaz ... 130
**Annexe C.** Pression thermodynamique d'un gaz pur ... 132
**Annexe D.** Propagation des incertitudes pour la mesure de pression thermodynamique ... 135
**Annexe E.** Réfractivité de l'air ... 137

# Liste des tableaux

**Tableau 1.1.** Expressions des coefficients $C_1(T)$, $C_2(T)$ et $C_3(T)$ en fonction des coefficients du viriel reliant la pression d'un gaz pur à sa réfractivité. ..... 27

**Tableau 1.2.** Synthèse des données de référence recommandées pour les propriétés physiques de l'hélium, de l'argon et de l'azote. ..... 33

**Tableau 1.3.** Incertitudes sur la mesure de pression en fonction des paramètres du gaz et de la réfractivité à 50 kPa ($k$ = 1). ..... 38

**Tableau 2.1.** Récapitulatif des incertitudes des réfractomètres développés par les laboratoires nationaux de métrologie autres que le LNE-Cnam. ..... 61

**Tableau 3.1.** Matrices ABCD pour la propagation d'un faisceau dans une lentille mince et dans un milieu à indice de réfraction constant. ..... 67

**Tableau 3.2.** Mesure du coefficient de dilatation thermique en réponse à des sauts de température. ..... 77

**Tableau 3.3.** Calcul du coefficient de déformation mécanique pour une pression de 50 kPa. ..... 80

**Tableau 3.4.** Mesure de l'intervalle spectrale libre. ..... 83

**Tableau 3.5.** Budget d'incertitude sur la mesure de pression de l'azote par un réfractomètre Fabry-Perot dans la gamme de 100 Pa à 100 kPa. ..... 86

**Tableau 4.1.** Budget d'incertitude de la balance de pression à piston tournant DHI PG7607. ..... 101

# Liste des figures

**Figure 1.1.** Incertitudes relatives ($k$ = 2) sur les méthodes conventionnelles pour la mesure de pression au Laboratoire National de Métrologie et d'Essais. ..... 23

**Figure 1.2.** Ecart relatif sur des calculs de pression thermodynamique d'azote en négligeant successivement $C_2(T)$ et $C_3(T)$ sur les gammes (a) 1 Pa – 100 kPa et (b) 1 Pa – 2 kPa. ..... 27

**Figure 1.3.** Comparaison des différentes valeurs de polarisabilité molaire de l'azote à 532 nm et 302,966 K. Les incertitudes sont rapportées à $k$ = 2..... 37

**Figure 2.1.** Schéma de principe d'un réfractomètre de type Fabry-Perot et formation d'interférences constructives. ..... 42

**Figure 2.2.** Transmittance typique d'un Fabry-Perot en fonction de la fréquence du laser pour différents coefficients de réflexion. ..... 43

**Figure 2.3.** Exemples de résonateurs optiques stables..... 44

**Figure 2.4.** Modes longitudinaux et transverses dans une cavité résonnante. ..... 45

**Figure 2.5.** Photos et structure du réfractomètre Fabry-Perot à simple cavité développé au LNE-Cnam. ..... 47

**Figure 2.6.** Réflexion d'un faisceau laser dans une cavité optique plan-concave : profondeur de pénétration ($L\tau$) et rayons de courbure ($R_C$) des miroirs. ..... 49

**Figure 2.7.** Déformation du Fabry-Perot induite par la pression du gaz. ..... 55

**Figure 2.8.** Simulation par éléments finis de la déformation mécanique le long de l'axe $x$ en réponse à une variation de pression de 1 Pa – Vue 3D d'un huitième de cavité. ..... 56

**Figure 2.9.** Représentation des résonnances dans le spectre de sortie du Fabry-Perot..... 57

**Figure 2.10.** Montage optique permettant la mesure de l'intervalle spectral libre. ..... 57

**Figure 2.11.** Incertitudes relatives sur la mesure de pression thermodynamique des différents LNM. ..... 61

**Figure 3.1.** Dispositif expérimental pour la mesure de pression thermodynamique au LNE-Cnam. Notations – COF : Coupleur optique fibré, PZT : actionneur piézoélectrique, FPD : photodiode rapide, $L_i$ : lentille, IO : isolateur optique et PG7607 : balance de pression de référence..... 65

**Figure 3.2.** Montage optique pour adaptation du faisceau gaussien à la cavité Fabry-Perot..... 67

**Figure 3.3.** Photo du réfractomètre placé dans l'enceinte en cuivre (sans couvercle), servant aussi d'enceinte à vide..... 70

**Figure 3.4.** Ensemble des enceintes entourant le réfractomètre (vue de dessus)..... 70

**Figure 3.5.** Vue en coupe de la première enceinte en cuivre avec l'emplacement de la sonde Pt25..... 71

**Figure 3.6.** Température de régulation de l'enceinte en cuivre et sa moyenne glissante sur 40 s. ..... 71

**Figure 3.7.** Température du réfractomètre mesurée par la sonde Pt25 et valeur moyenne glissante sur 30 s. ..... 72

**Figure 3.8.** Histogramme de mesure de température sur 4 heures. Demi-largeur à mi-hauteur 0,3 mK. ..... 72

**Figure 3.9.** Moyennes sur 4 heures et écart-types des mesures de température sur une semaine..... 73

**Figure 3.10.** Balance de pression à piston tournant PG7607..... 74

**Figure 3.11.** Dérive de la fréquence du laser et de la longueur de la cavité. ..... 76

**Figure 3.12.** Variation de la fréquence du laser asservi sur la cavité sous vide..... 79

**Figure 3.13.** Contributions des différents paramètres à l'incertitude associée au coefficient de déformation mécanique..... 80

**Figure 3.14.** Valeurs simulé et mesuré obtenues pour le coefficient de déformation mécanique du réfractomètre et incertitudes élargies associées ($k = 2$)..... 81
**Figure 3.15.** Technique de mesure de l'intervalle spectral libre..... 82
**Figure 3.16.** Comparaison des incertitudes relatives élargies sur des mesures de pression par voie mécanique et optique..... 89
**Figure 3.17.** Comparaison des incertitudes relatives des réfractomètres développés par différents LNM..... 90
**Figure 4.1.** Evolution dans le temps de la pression relative à la pression initiale mesurée par le réfractomètre à 100 kPa..... 93
**Figure 4.2.** Variation de température de la sonde Pt25 lors de l'injection et du pompage du gaz sans précaution. Des sauts de température sont observés lors du passage gaz-vide et vide-gaz..... 94
**Figure 4.3.** Procédures de pompage du gaz du réfractomètre – (A) apparition du gradient de température entre le Fabry-Perot et l'enceinte en cuivre lors d'un pompage brutal, (B) atténuation de l'effet de l'ilot de chaleur dans le réfractomètre par un pompage par palier..... 95
**Figure 4.4.** Configuration expérimentale pour la mesure de pression d'un gaz au LNE-Cnam..... 96
**Figure 4.5.** Configuration expérimentale permettant le pompage du réfractomètre. Les zones en noir indiquent les instruments isolés du reste du système..... 96
**Figure 4.6.** Configuration expérimentale permettant la stabilisation et la mesure de pression de l'azote..... 97
**Figure 4.7.** Variation de fréquence du laser (en bleu) et température équivalente (en orange) après l'injection de l'azote à 100 kPa..... 97
**Figure 4.8.** Isolation de la balance PG7607 par rapport au réfractomètre avant la mesure de pression..... 98
**Figure 4.9.** Variation de la pression statique à 60 kPa, ainsi que sa moyenne sur 40 s..... 99
**Figure 4.10.** Reproductibilité de mesure de pression nominale de 40 kPa par voie optique ainsi que sa variation relative..... 100
**Figure 4.11.** Ecart relatif (a) et absolu (b) entre la pression mesurée par le réfractomètre $P_{FP}$ et la balance de référence $P_{PG7607}$..... 102
**Figure 5.1.** Champ de variation de température lié à un champ acoustique uniforme (amplitude de 1 Pa) dans l'air (représentation sur un quart de la cavité cylindrique)..... 112
**Figure 5.2.** Evolution du facteur correctif sur les variations de température acoustique en fonction de la fréquence dans une cavité cylindrique..... 114
**Figure 5.3.** Configuration expérimentale pour la mesure de pression acoustique au LNE-Cnam. Notations – COF : Coupleur optique fibré, PZT : actionneur piézoélectrique, FPD : photodiode rapide, $L_i$ : lentille et IO : isolateur optique..... 116
**Figure 5.4.** Cavité Fabry-Perot développée au LNE-Cnam pour la mesure de pression acoustique..... 118
**Figure 5.5.** Disposition des enceintes autour du réfractomètre Fabry-Perot..... 118
**Figure 5.6.** Courbe d'étalonnage en pression du réfractomètre à une température fixe (21,925 °C)..... 119
**Figure 5.7.** Réponse en amplitude et en phase des trois capteurs soumis au même champ de pression..... 121
**Figure 5.8.** Amplitudes des pressions acoustiques mesurées et composantes d'incertitudes associées respectivement à l'étalonnage du microphone et au coefficient de sensibilité en température du réfractomètre. ..... 123

# Liste des annexes

**Annexe A.** Réfractivité d'un gaz pur ..... 127
**Annexe B.** Réfractivité et densité d'un gaz ..... 130
**Annexe C.** Pression thermodynamique d'un gaz pur ..... 132
**Annexe D.** Propagation des incertitudes pour la mesure de pression thermodynamique ..... 135
**Annexe E.** Réfractivité de l'air ..... 137

# Liste des symboles

$(n-1)_{tp}$ - *Réfractivité d'un gaz à une température et pression données*
$\partial L$ - *Variation fractionnelle de la longueur du Fabry-Perot*
$A_R$ - *Réfractivité molaire*
$A_\theta$ - *Facteur de dépendance de la polarisabilité molaire de l'azote à la température*
$B_R$ - *Deuxième coefficient du viriel de réfractivité*
$B_\rho$ - *Deuxième coefficient du viriel de densité*
$c$ - *Vitesse de la lumière dans le gaz*
$c_0$ - *Vitesse de la lumière dans le vide*
$C_1(T)$ - *Premier coefficient de proportionnalité*
$C_2(T)$ - *Deuxième coefficient de proportionnalité*
$C_R$ - *Troisième coefficient du viriel de réfractivité*
$C_\rho$ - *Troisième coefficient du viriel de densité*
$d$ - *Longueur de propagation du faisceau*
$E_{P\ell}$ - *Facteur correctif sur la température acoustique*
$\varepsilon$ - *Permittivité diélectrique du matériau*
$\varepsilon_0$ - *Permittivité diélectrique du vide*
$\varepsilon_r$ - *Permittivité diélectrique relative du matériau*
$f$ - *Pression partielle de vapeur d'eau*
$F$ - *Finesse du Fabry-Perot*
$f_L$ - *Focale de la lentille*
$F_M$ - *Force*
$g$ - *Accélération de la pesanteur*
$g_i$ - *Paramètres d'un résonateur*
$h_c$ - *Hauteur de la colonne du manomètre à tube en U*
$I_0$ - *Intensité de la lumière incidente sur le premier miroir du Fabry-Perot*
IO - *Isolateur optique*
$I_t$ - *Intensité de transmission du résonateur*
$J_\upsilon$ - *Fonctions de Bessel cylindriques d'ordre* $\upsilon$
$k$ - *Constante de Boltzmann*
$L_0$ - *Longueur physique du résonateur sous vide*
$L_{\mathrm{eff}}$ - *Longueur d'interaction effective de la lumière avec l'échantillon à l'intérieur d'une cavité*
$L_{FP}$ - *Longueur physique effective de la cavité*
$L_i$ - *Lentille*
$L_\tau$ - *Profondeur de pénétration du faisceau dans le laser*
$m$ - *Nombre de modes de la cavité sous gaz*
$m_0$ - *Mode de résonance du Fabry-Perot sous vide*
$m_i$ - *Masse réelle d'ordre i appliquée sur le piston*
$n$ - *Indice de réfraction d'un gaz*
$n-1$ - *Réfractivité d'un gaz*
$n_{axs}-1$ - *Réfractivité de l'air sec*
$n_H$ - *Indice de réfraction élevé (première couche)*
$n_L$ - *Indice de réfraction faible*
$n_{ws}-1$ - *Réfractivité de la vapeur d'eau pure*
$p$ - *Pression thermodynamique du gaz*
$\tilde{p}$ - *Variation de pression*
$P_0$ - *Pression résiduelle dans la cavité Fabry-Perot sous vide*
$P_a$ - *Pression totale de l'air*
$P_{\mathrm{abs}}$ - *Pression absolue délivrée par la balance*
$p_d$ - *Pression différentielle dans un manomètre à tube U*
$p_M$ - *Pression*
$P_s$ - *Pression atmosphérique*
$q$ - *Paramètre complexe de faisceau*
$r$ - *Distance par rapport à l'axe optique*
$R$ - *Constante molaire des gaz*
$R_a$ - *Rayon du miroir*
$R_G$ - *Rayon de courbure du faisceau*

$R_M$ - *Coefficient de réflexion du miroir*
$S_0$ - *Section efficace de l'ensemble piston-cylindre*
$T$ - *Température thermodynamique du gaz*
$t_0$ - *Temps de référence lorsque la cavité Fabry-Perot est sous vide*
$T_0$ - *Température de la cavité Fabry-Perot sous vide*
$T_M$ - *Coefficient de transmission du miroir*
$t_{pc}$ - *Température de l'ensemble piston-cylindre*
$t_{\mathrm{ref}}$ - *Température de l'ensemble piston-cylindre en étalonnage*
$T_s$ - *Température ambiante (statique)*
$Z$ - *Facteur de compressibilité*
$\alpha$ - *Coefficient de dilatation thermique du réfractomètre*
$\alpha_c$ - *Coefficient de dilatation linéaire du matériau du cylindre*
$\alpha_{\mathrm{eff}}$ - *Coefficient de dilatation thermique effectif*
$\alpha_M$ - *Réponse en phase du miroir*
$\alpha_p$ - *Coefficient de dilatation linéaire du matériau du piston*
$\alpha_{\mathrm{pol}}$ - *Polarisabilité électrique d'un matériau*
$\alpha_S$ - *Coefficient de dilatation thermique de la silice donné par le constructeur*
$\alpha_T$ - *Diffusivité thermique de l'air ambiant*
$\alpha_Z$ - *Coefficient de dilatation thermique du Zerodur® donné par le constructeur*
$\beta$ - *Coefficient de déformation mécanique du réfractomètre*
$\gamma$ - *Dérive à long terme du réfractomètre (vieillissement)*
$\gamma_h$ - *Rapport des capacités thermiques spécifiques*
$\gamma_s'$ - *Paramètre reliant la profondeur de pénétration et le retard de groupe*
$\delta$ - *Coefficient de couplage*
$\delta_h$ - *Epaisseur d'une couche limite thermique*
$\Delta h$ - *Différence de hauteur entre le centre du réfractomètre et le centre de la balance*
$\delta L$ - *Déformation physique du réfractomètre*
$\Delta n$ - *Ecart de l'indice de réfraction par rapport à une valeur de référence*
$\Delta P$ - *Différence de pression entre le vide et le gaz*
$\Delta t$ - *Temps écoulé entre le vide et le gaz*
$\Delta T$ - *Différence de température entre le vide et le gaz*
$\Delta \nu$ - *Décalage de fréquence*
$\epsilon_\alpha$ - *Profondeur de pénétration relative*
$\Theta_G$ - *Phase de Gouy*
$\lambda$ - *Longueur d'onde du laser*
$\lambda_0$ - *Longueur d'onde du laser dans le vide*
$\lambda_p$ - *Coefficient de déformation de l'ensemble piston-cylindre*
$\nu_0$ - *Fréquence du laser lorsque le réfractomètre est sous vide*
$\nu_c$ - *Fréquence de conception des miroirs*
$\nu_g$ - *Fréquence du laser lorsque le réfractomètre est sous gaz*
$\nu_m$ - *Fréquence d'un mode de résonance*
$\rho$ - *Densité molaire d'un gaz*
$\rho_a$ - *Masse volumique de l'air*
$\rho_{as}$ - *Masse volumique de l'air sec*
$\rho_{axs}$ - *Masse volumique de l'air standard*
$\rho_f$ - *Densité du fluide dans la balance*
$\rho_{mi}$ - *Masse volumique de la masse mi appliquée sur le piston*
$\rho_v$ - *Masse volumique d'un liquide*
$\rho_w$ - *Masse volumique de la vapeur d'eau pure*
$\rho_{ws}$ - *Masse volumique de référence*
$\sigma_P$ - *Coefficient de sensibilité à la pression*
$\sigma_T$ - *Coefficient de sensibilité à la température*
$\tilde{\tau}$ - *Température acoustique*
$\tau_s$ - *Retard de groupe*
$\Phi_0$ - *Déphasage à la fréquence de conception des miroirs*
$\phi_{ar}$ - *Accumulation de phase aller-retour du faisceau entre les miroirs du réfractomètre*
$\phi_{\mathrm{R}}(\nu)$ - *Déphasage à la réflexion au niveau des miroirs diélectriques*
$\omega(z)$ - *Taille du faisceau*

# Liste des abréviations

APX50 - *Balance de pression absolue à piston tournant*
BIPM - *Bureau International des Poids et Mesures*
CCAUV - *Comité Consultatif de l'Acoustique, des Ultrasons et des Vibrations*
CDG - *Manomètre à membrane capacitive (Capacitance Diaphragm Gauge)*
CEA-DAM - *Commissariat à l'Énergie Atomique- Direction des Applications Militaires*
CEI - *Commission Electrotechnique Internationale*
CMC - *Capacité de mesure et d'étalonnage (Calibration and Measurement Capability)*
COF - *Coupleur optique fibré*
Cofrac - *Comité Français d'Accréditation*
DBR - *Réflecteurs à réseau de Bragg (Distributed Bragg Reflector)*
ECDL - *Diode laser à cavité étendue (External-Cavity Diode Laser)*
FLOC - *Fixed Length Optical Cavity*
FPD - *Photodiode rapide*
FPG - *Balance de pression (Force-balanced Piston Gauge)*
FWHM - *Largeur à mi-hauteur (Full Width at Half Maximum)*
GUM - *Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (Guide of Uncertainty of Measurements)*
INRiM - *Istituto Nazionale di Ricerca Metrologica* (*Italie*)
IO - *Isolateur optique*
KCBD - *Base de données de comparaisons clés (Key Comparison DataBase)*
Laser HeNe - *Laser hélium-néon*
LNE - *Laboratoire National de métrologie et d'Essais*
LNE-Cnam - *Laboratoire Commun de Métrologie* (*France*)
LNM - *Laboratoire National de Métrologie*
MIRE - *Interféromètre monolithique pour réfractométrie (Monolithic Interferometer for Refractometry)*
NIM - *National Institute of Metrology* (*Chine*)
NIST - *National Institute of Standards and Technology* (*États-Unis*)
NMIJ - *National Metrology Institute of Japan* (*Japan*)
OMS - *Organisation Mondiale de la Santé*
OPS - *Optical Pressure Standard*
OTICE - *l'Organisation du Traité d'Interdiction Complète des Essais nucléaires*
PDH - *Technique de Pound-Drever-Hall*
PG - *Balance de pression* (*Piston Gauge*)
ppm - *Parties par million*
PTB - *Physikalisch Technische Bundesanstalt* (*Allemagne*)
PZT - *Actionneur piézoélectrique*
QP - *QuantumPascal*
QWS - *miroir à quart d'onde (Quarter-Wave-Stack)*
RIGM - *Métrologie des gaz à indice de réfraction (Refractive-Index Gas Metrology)*
RISE - *Research Institutes of Sweden* (*Suède*)
RSG - *Resonant Silicon Gauge*
SCDG - *Sapphire Capacitance Diaphragm Gauges*
SOP - *Pascal optique stationnaire (Stationary Optical Pascal)*
TOP - *Pascal optique transportable (Transportable Optical Pascal)*
UIM - *Manomètres à interféromètre ultrasonique (Ultrasonic Interferometer Manometers)*
ULE - *Verre à très faible expansion (Ultra-Low Expansion)*

# Introduction

Les méthodes conventionnelles de mesure de pression d'un gaz reposent sur des dispositifs mécaniques tels que les balances de pression à piston tournant et les manomètres à mercure. Elles permettent d'obtenir des incertitudes relatives de l'ordre de 7 ppm ($k = 2$) autour de la pression atmosphérique [1,2], qui se dégradent sensiblement à mesure que la pression diminue (100 ppm à 200 Pa). D'autre part, pour couvrir l'étendue de mesure comprise entre 1 Pa et 100 kPa, il est nécessaire d'utiliser plusieurs étalons de référence. En outre, il n'est pas envisagé, au sein des Laboratoires Nationaux de Métrologie (LNM), d'améliorer significativement ces références de pression, que ce soit en termes d'incertitudes ou d'étendue de mesure.

Dans ce contexte, la réfractométrie représente une alternative prometteuse à ces méthodes conventionnelles. Cette technique est basée sur la mesure du déphasage d'une onde optique se propageant dans un gaz. Ce déphasage est proportionnel au nombre de particules par unité de volume[1] du gaz, donc à sa pression, et inversement proportionnel à sa température. Les mesures du déphasage de l'onde optique et de la température du gaz permettent donc d'en déduire sa pression. Le déphasage de l'onde optique est quantifié par l'indice de réfraction du gaz.

La détermination de l'indice de réfraction d'un gaz en utilisant un réfractomètre de type Fabry-Perot exige la connaissance de ses paramètres intrinsèques, à savoir son coefficient de dilatation thermique, son coefficient de déformation mécanique, sa dérive à long terme et son intervalle spectral libre. L'indice de réfraction du gaz est relié à sa densité par l'équation de Lorentz-Lorenz. Une équation d'état permet ensuite de relier la densité de ce gaz à sa pression et à sa température. Dans cette équation d'état, les coefficients du viriel de réfraction et de densité sont introduits pour tenir compte de l'écart d'un gaz réel à un gaz idéal.

En 2019, le département « Dimensionnel-Lasers » du Laboratoire Commun de Métrologie (LNE-Cnam) a entrepris le développement d'un réfractomètre de type Fabry-Perot destiné à la mesure de pression thermodynamique de l'azote, entre 100 Pa et 100 kPa. Le développement et la caractérisation de ce réfractomètre se placent dans le cadre d'un projet européen nommé « Towards

[1] Le terme « densité », utilisé dans la suite du manuscrit pour des raisons de simplicité, renvoi au nombre de particules (atomes/molécules) par unité de volume, exprimé en $\mathrm{mol} \cdot \mathrm{m}^{-3}$.

quantum-based realisations of the pascal 18SIB04 (QuantumPascal) » dont l'objectif était d'atteindre une incertitude de 20 ppm ($k = 2$) sur l'ensemble de la gamme.

Parallèlement, une étude de faisabilité de l'utilisation de la réfractométrie pour la mesure de la pression acoustique de l'air dans la gamme infrasonore (40 mHz – 20 Hz) a été entreprise fin 2020 dans le cadre d'un autre projet européen « Metrology for low-frequency sound and vibration 19ENV03 (Infra-AUV) ». Pour cette dernière application, une seconde expérience incluant une autre cavité Fabry-Perot a été mise en œuvre.

Le premier chapitre de ce mémoire présente un état de l'art des mesures conventionnelles de pression, ainsi que les différentes équations reliant la pression thermodynamique d'un gaz à son indice de réfraction. Y est détaillée également l'extrapolation des coefficients du viriel à la longueur d'onde de travail, 532 nm. Dans le chapitre 2, nous présentons les éléments clés de la réfractométrie optique de type Fabry-Perot. Ce chapitre est complété par la description et l'étude des paramètres intrinsèques du réfractomètre à simple cavité, servant à corriger les erreurs liées aux déformations du dispositif lors de la mesure. Le chapitre 3 est consacré à la mesure des paramètres intrinsèques au réfractomètre, associant à chaque paramètre une valeur ainsi qu'une incertitude correspondante. Un budget d'incertitude est présenté en combinant les incertitudes liées aux paramètres de la cavité et celles associées aux paramètres du gaz. Le chapitre 4 présente la validation expérimental du dispositif par une comparaison avec une balance de pression de référence. La procédure permettant de minimiser les effets thermiques liées à la détente et à la compression du gaz pendant la mesure y est également décrite. Enfin, dans le chapitre 5 est présentée une étude de faisabilité, ainsi que des premiers résultats sur une mesure de pression acoustique dans la gamme infrasonore. Cette étude a pour but de proposer à terme de nouvelles méthodes d'étalonnage primaire permettant d'élargir la gamme de fréquence couverte par les capacités d'étalonnage des LNM.

Dans ce document, nous distinguons les termes « pression par voie optique » et « pression par voie mécanique ». Le terme « pression par voie optique » se réfère à la pression thermodynamique, exprimée en $\mathrm{Pa} = \mathrm{J} \cdot \mathrm{m}^{-3}$ (énergie par unité de volume ou densité d'énergie), traçable à la constante de Boltzmann et donc au kelvin. Cette traçabilité repose sur les propriétés optiques des gaz. En revanche, le terme « pression par voie mécanique » est exprimé en $\mathrm{Pa} = \mathrm{kg} \cdot \mathrm{m}^{-1} \cdot \mathrm{s}^{-2}$, traçable à la constante de Planck et donc au kilogramme [3,4].

Les calculs d'incertitude ont été effectués en suivant les recommandations du guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM) [5]. Les termes métrologiques employés sont définis dans le Vocabulaire International de Métrologie (VIM) [6].

# Première partie :

# Réfractométrie : une alternative aux méthodes conventionnelles de la mesure de pression d'un gaz

Sommaire


**1. Réfractométrie : une alternative aux méthodes conventionnelles de mesure de pression d'un gaz** ... 19

**1.1. Mesure de pression basée sur la définition mécanique du pascal** ... **21**

**1.2. Réfractivité et pression d'un gaz pur** ... **24**

1.2.1. Indice de réfraction et densité d'un gaz : équation de Lorentz-Lorenz ... 24

1.2.2. Relation entre pression et densité d'un gaz ... 26

1.2.3. Pression thermodynamique et réfractivité d'un gaz ... 26

**1.3. Gaz adaptés à la réfractométrie et leurs coefficients du viriel** ... **28**

1.3.1. Choix du gaz ... 29

1.3.2. Coefficients du viriel : techniques de mesure, valeurs et incertitudes associées ... 31

1.3.3. Réfractivité molaire de l'azote à 532 nm ... 34

1.3.3.1. Extrapolation de la réfractivité molaire en fonction de la température ... 35

1.3.3.2. Extrapolation de la réfractivité molaire en fonction de la longueur d'onde ... 36

1.3.4. Deuxième et troisième coefficients du viriel de l'azote à 532 nm ... 37

**1.4. Incertitude sur la pression thermodynamique : contribution de la réfractivité et des coefficients du viriel** **38**

# 1. Réfractométrie : une alternative aux méthodes conventionnelles de mesure de pression d'un gaz

Les moyens traditionnels de mesure de pression d'un gaz tels que les manomètres à mercure, les balances de pression, les jauges à tube de Bourdon et les jauges à diaphragme, sont encore les plus largement utilisées aujourd'hui. Ces instruments, basés sur la définition mécanique de la pression, constituent les instruments de référence des LNM pour la réalisation du pascal. De plus, ils répondent à des besoins spécifiques dans divers secteurs industriels, notamment l'industrie aérospatiale (conception et fonctionnement de systèmes tels que les moteurs de fusée et les cabines d'avion), l'industrie pétrolière et gazière (surveillance et contrôle des processus de forage, de production, de transport et de raffinage), l'industrie de l'énergie (efficacité et sécurité des installations des centrales électriques et nucléaires), l'industrie automobile (sécurité routière), l'industrie électronique (pour garantir la qualité des produits), ainsi que l'industrie chimique et pharmaceutique (pour contrôler la production, garantir la sécurité des opérations et maintenir la qualité des produits).

Cependant, ces méthodes présentent certaines limitations, notamment une gamme de mesure restreinte, une dégradation d'incertitude à basse pression, une complexité de mise en œuvre, des coûts d'achat et de maintenance élevés, l'utilisation de substances toxiques ou dangereuses dans certains cas, ainsi qu'une sensibilité aux facteurs environnementaux, comme la température et la gravité. C'est pourquoi plusieurs LNM se sont orientés vers des méthodes alternatives pour la mesure de pression et la réalisation du pascal, en privilégiant notamment l'interférométrie à réflexion multiple [7–9], les résonateurs à micro-ondes supraconducteurs [10], ainsi que l'absorption et la diffusion de Rayleigh [11].

Dans ce cadre, la définition thermodynamique de la pression offre des alternatives prometteuses aux LNM pour la réalisation du pascal, sur une gamme étendue avec une meilleure exactitude. En particulier, l'utilisation de méthodes optiques pour l'évaluation de la pression est rendue possible par des calculs *ab-initio* fiables qui relient les propriétés optiques du gaz à sa densité molaire. La performance de ces nouveaux étalons de pression est limitée par la précision des calculs des paramètres du gaz, la déformation de l'instrument de mesure et la détermination de la température du gaz.

Au cours des deux dernières décennies, plusieurs projets de recherche pour la mesure de pression par voie optique ont été menées au National Institute of Standards and Technology (NIST, États-Unis) [4,8,12,13], à la Physikalisch Technische Bundesanstalt (PTB, Allemagne) [3], à l'Université d'Umeå en collaboration avec la Research Institutes of Sweden (RISE, Suède) [14,15], au Laboratoire Commun de Métrologie (LNE-Cnam, France) [16], à l'Istituto Nazionale di Ricerca

Metrologica (l'INRiM, Italie) [17], au National Metrology Institute of Japan (NMIJ, Japon) [18] et au National Institute of Metrology (NIM, Chine) [19]. Les efforts fournis jusqu'à présent par chacun de ces laboratoires visent *in fine* à assurer la traçabilité des mesures de pression par méthode optique au Système International d'unités (SI) afin que ces nouveaux capteurs puissent devenir des étalons de pression primaires et/ou secondaires, dont les performances seraient même capables de surpasser les étalons conventionnels. Les objectifs spécifiques du développement de ces nouveaux capteurs sont les suivants :

- Réduire les incertitudes des méthodes alternatives pour atteindre des niveaux d'incertitude au moins équivalents à ceux des meilleures mesures de pression par voie mécanique. A titre d'exemple, le projet européen Quantum Pascal (QP) vise des incertitudes de 500 ppm dans la gamme $1\ \mathrm{Pa} - 1\ \mathrm{kPa}$, et de 10 ppm dans la gamme $1\ \mathrm{kPa} - 100\ \mathrm{kPa}$ ($k = 1$). $k$ étant le facteur d'élargissement pour des niveaux de confiance de 68 % et 95 %, correspondant respectivement, à $k = 1$ et $k = 2$.
- Etendre la gamme de fonctionnement de la méthode optique, afin de permettre à un seul instrument de mesurer la pression sur l'ensemble de la gamme allant de 1 Pa à 100 kPa.
- Compléter les étalons mécaniques actuels dans les gammes de pression où leurs incertitudes sont relativement élevées.
- Faciliter l'adoption de la technologie développée par les utilisateurs finaux, notamment les communautés scientifiques, métrologiques et industrielles.
- Evaluer les performances des nouveaux capteurs en les comparant entre eux, ainsi qu'aux étalons primaires classiques de pression, tels que les balances de pression à piston tournant et les manomètres à mercure.

Dans ce contexte, le Laboratoire Commun de Métrologie LNE-Cnam a choisi le développement d'un interféromètre de type Fabry-Perot à simple cavité. Cette approche de mesure thermodynamique de la pression offre plusieurs avantages, qui sont détaillés dans le chapitre 2.

La première partie de ce chapitre résume les méthodes traditionnelles de mesure de pression, qui se basent sur la définition mécanique de la pression, tout en précisant leurs limites. Pour surmonter ces limitations, une méthode alternative pour la réalisation du pascal par voie optique, basée sur les propriétés thermodynamiques des gaz, est présentée. Cette méthode repose sur les relations établies entre l'indice de réfraction d'un gaz, sa densité, et, par conséquent, sa pression.

Ensuite, est proposé un bilan des résultats théoriques et expérimentaux obtenus dans différents LNM sur les propriétés physiques de gaz utiles pour une mesure de pression par méthode optique, notamment

les réfractivités molaires et les coefficients du viriel d'ordres supérieurs. Une attention particulière est portée ici à l'azote, qui est le gaz choisi au LNE-Cnam pour la mise en œuvre de cette méthode optique. Ainsi, polarisabilité molaire et coefficients du viriel ont été extrapolés à la température et à la longueur d'onde de travail, avec les incertitudes les plus faibles possibles.

En fin de chapitre, une analyse détaillée est effectuée sur la contribution de ces paramètres physiques du gaz ainsi que de sa réfractivité dans l'incertitude finale sur la mesure de pression thermodynamique.

## 1.1. Mesure de pression basée sur la définition mécanique du pascal

La référence principale pour la mesure de pression autour et en dessous de la pression atmosphérique ($\leq 100$ kPa), est actuellement réalisée de deux manières : soit en mesurant la hauteur d'un liquide de densité connue dans un manomètre à tube U, soit en équilibrant la pression par la force gravitationnelle exercée par des masses étalons connues sur un piston dans une balance de pression.

**Le manomètre à colonne de liquide**, une invention attribuée à Torricelli au XVII$^{\text{ème}}$ siècle [20], est utilisé depuis des siècles. Ce manomètre à tube en U est basé sur la formule classique $p_d = \rho_v g h_c$ pour la mesure de pression différentielle. La traçabilité de cette mesure est assurée en utilisant la masse volumique étalonnée d'un liquide $\rho_v$ et l'accélération de la pesanteur $g$, qui sont localement connues, ainsi que la hauteur de la colonne $h_c$, qui est une grandeur mesurée [8,21]. Actuellement, les mesures les plus précises de cette hauteur sont obtenues par les Manomètres à Interféromètre Ultrasonique (UIM), qui servent d'étalons primaires pour la gamme de pression allant de 1 mPa à 360 kPa.

Le manomètre à tube en U utilise du mercure comme fluide pour mesurer des pressions allant de 100 Pa jusqu'à 360 kPa avec incertitude élargie évaluée à $[(6\,\text{mPa})^2 + (5{,}2 \times 10^{-6} \cdot p)^2]^{1/2}$. De l'huile est aussi employée pour mesurer des pressions, variant de 0,1 Pa à 120 Pa. L'incertitude élargie est de $[(3\,\text{mPa})^2 + (36 \times 10^{-6} \cdot p)^2]^{1/2}$ pour des pressions entre 3 Pa et 140 Pa, et de $[(0{,}7\,\text{mPa})^2 + (1 \times 10^{-3} \cdot p)^2]^{1/2}$ pour des pressions inférieures à 3 Pa [13,22,23].

Le développement de ce type de manomètre a atteint un point où leur incertitude ne peut plus être réduite de manière significative. De plus, des préoccupations en matière de sécurité et d'impact environnemental se posent, conduisant à des résolutions de l'Organisation Mondiale de la Santé (OMS) recommandant une diminution progressive de l'exposition humaine au mercure et à ses composés.

**Les manomètres à piston** (également connus sous le nom de balances de pression) fournissent actuellement les meilleures incertitudes autour de la pression atmosphérique. Dans ces balances à piston, la pression du fluide est équilibrée par la force gravitationnelle de l'ensemble piston-cylindre ainsi des masses additionnelles. La traçabilité est établie grâce à ces masses étalonnées, à l'accélération de la pesanteur connue localement, et à la surface effective du piston déterminée géométriquement (voir le détail dans la section 3.3).

Cependant, chaque piston de cette balance doit être caractérisé de manière individuelle. De plus, les incertitudes associées à ces manomètres sont significatives pour des pressions en dessous de la pression atmosphérique, et ces balances ne sont pas adaptés aux pressions inférieures à 3 kPa. Pour de telles gammes (< 3 kPa), d'autres méthodes comme l'expansion statique ou continue du gaz sont utilisées.

Les manomètres à colonne de liquide et les manomètres à piston, basés sur la définition mécanique de la pression, nécessitent des mesures traçables au kilogramme et au mètre. Ces deux méthodes sont soumises à des limitations pratiques inhérentes, telles que le coût, le temps nécessaire pour la réalisation des mesures, l'encombrement, la fragilité, la complexité du fonctionnement, et la dégradation des incertitudes à très basse pression, avec des possibilités limitées d'amélioration.

Ainsi, au LNE, laboratoire primaire en France dans le domaine des pressions, les mesures au plus haut niveau métrologique, couvrant une large plage de mesure (de 1 Pa à 100 kPa) sont réalisées par d'autres instruments reposant toujours sur des méthodes mécaniques, à savoir :

- **La balance de pression APX50 (PG Piston Gauge)** est un modèle de balance de référence à piston tournant dont le fonctionnement est détaillé dans le section 3.3. Elle est utilisée pour mesurer la pression entre 5 kPa et 100 kPa, avec une incertitude élargie de $200\ \mathrm{mPa} + 7 \times 10^{-6} \cdot p$. C'est le type de balance offrant l'incertitude relative la plus faible dans sa gamme de fonctionnement.
- **La balance de pression FPG (Force-balanced Piston Gauge)** est conçue comme un modèle à piston non rotatif. Dérivée de la balance à piston tournant, elle offre une résolution accrue et une stabilité du zéro supérieur aux autres étalons de pression primaires actuellement disponibles sur le marché. Elle couvre une gamme de pression allant de 3 Pa à 15 kPa, avec une incertitude élargie de $15\ \mathrm{mPa} + 1{,}6 \times 10^{-5} \cdot p$.
- **Le manomètre à membrane capacitive CDG (Capacitance Diaphragm Gauge)** est composé d'une membrane sur laquelle une pression est exercée et d'une électrode arrière, l'ensemble formant un condensateur. Le déplacement de la membrane entraîne alors une variation de la capacité électrique du capteur. Le conditionneur, qui est un pont capacitif, génère une tension

analogique (de 0 à 10 V) proportionnelle à la pression. Ce capteur est conçu pour mesurer la pression entre 1 Pa et 3 Pa avec une incertitude élargie de $8\ \mathrm{mPa} + 1{,}3 \times 10^{-3} \cdot p$.

La Figure 1.1 illustre les gammes de pressions couvertes par ces trois derniers instruments et les incertitudes relatives ainsi obtenues au LNE sur les mesures de pression par méthodes mécaniques.

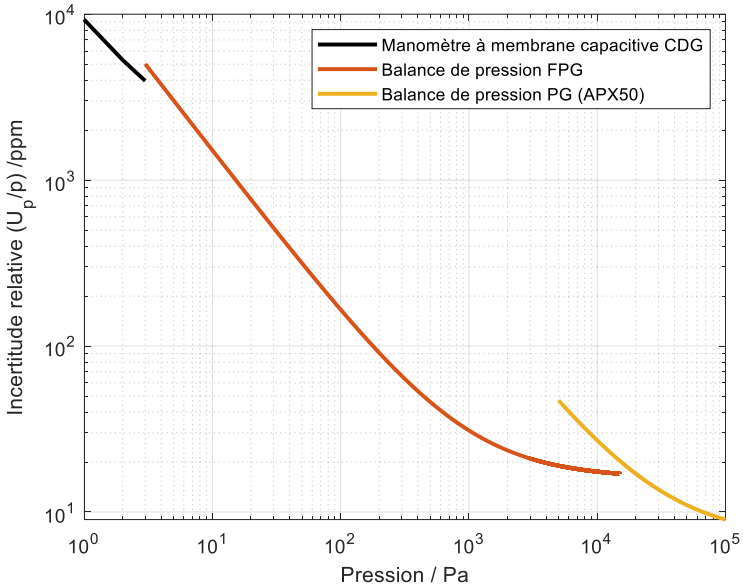


**Figure 1.1.** Incertitudes relatives ($k = 2$) sur les méthodes conventionnelles pour la mesure de pression au Laboratoire National de Métrologie et d'Essais.

Cette représentation graphique se base sur les actuels Calibration and Measurement Capability (CMC) de la base KCBD du Bureau International des Poids et Mesures (BIPM) [24] et de l'accréditation numéro 2-37 du Comité Français d'Accréditation (Cofrac) [25], datée de 2022, pour la mesure de pression par des méthodes mécaniques.

L'utilisation de ces méthodes conventionnelles ainsi que les manomètres à colonne de liquide pour la réalisation du pascal présente une incertitude relative de l'ordre de quelques parties par $10^6$ à 100 kPa et de quelques parties par $10^4$ à 1 Pa. Ces nivaux incertitudes sont trop importantes pour répondre à certains besoins industriels. De plus, ces méthodes n'ont pas connu d'améliorations significatives depuis plusieurs décennies et il n'est pas prévu qu'elles en connaissent dans un avenir proche [8]. En outre, chaque instrument est conçu pour fonctionner dans une gamme de pression limitée, et leur coût élevé les rend inaccessibles pour de nombreux LNM.

Par conséquent, il existe un intérêt croissant pour les méthodes alternatives de mesure de pression, ainsi que pour la réalisation du pascal à travers les propriétés atomiques des gaz [26,27]. Ces motivations visent principalement à réduire les incertitudes, en particulier à basse pression, en utilisant un seul instrument qui ne repose sur aucun actionneur mécanique, permettant de couvrir la gamme de 1 Pa à 100 kPa.

Dans ce contexte, le LNE-Cnam a orienté ses recherches vers le développement d'un capteur optique qui permet de déterminer la pression d'un gaz en mesurant sa réfractivité.

## 1.2. Réfractivité et pression d'un gaz pur

L'indice de réfraction d'un gaz est une grandeur qui permet de quantifier l'interaction de la lumière avec ce gaz. Cette grandeur, qui dépend de la nature du gaz, de sa densité et de la longueur d'onde de la lumière qui le traverse, peut-être mesurée expérimentalement à l'aide d'un réfractomètre.

**L'indice de réfraction d'un gaz *n*** en optique peut être écrit sous la forme suivante :

$$n = \frac{c_0}{c}, \tag{1.1}$$

avec $c_0$ la vitesse de la lumière dans le vide et $c$ la vitesse de la lumière dans le gaz. L'indice de réfraction y est généralement légèrement supérieur à 1. Par exemple, l'écart à l'unité de l'indice de réfraction de l'azote à la pression atmosphérique est de l'ordre de $2{,}7 \times 10^{-4}$. Cet écart à l'unité $(n-1)$ est appelé **la réfractivité du gaz.**

Les sections suivantes développent les relations entre pression, réfractivité et densité d'un gaz, en précisant les formules d'intérêt particulier pour la mesure de pression par voie optique.

### 1.2.1. Indice de réfraction et densité d'un gaz : équation de Lorentz-Lorenz

L'équation de Lorentz-Lorenz, généralisée aux gaz réels, relie l'indice de réfraction à la densité d'un gaz. De cette équation de base découlent toutes les équations permettant de mesurer la pression thermodynamique d'un gaz réel [28].

L'équation de Lorentz-Lorenz repose en premier lieu sur la relation de Clausius-Mossotti reliant la polarisabilité électrique ou moléculaire d'un matériau $\alpha_{\mathrm{pol}}$ (grandeur microscopique), à sa constante diélectrique relative $\varepsilon_r$ (grandeur macroscopique). Ainsi, la relation de Clausius-Mossotti, pour $\rho$ molécules par unité de volume, est donnée par [26,28] :

$$\frac{\varepsilon_r - 1}{\varepsilon_r + 2} = \frac{\rho}{3}\alpha_{\mathrm{pol}}, \tag{1.2}$$

où $\varepsilon_r = n^2 = \varepsilon/\varepsilon_0$, avec $\varepsilon$ et $\varepsilon_0$ la permittivité diélectrique du matériau et la permittivité diélectrique du vide, respectivement.

Cette relation n'est valable que dans l'approximation d'un gaz parfait et n'est donc pas utilisable pour les niveaux d'incertitude qui nous intéressent. Pour tenir compte des interactions à deux ou trois

corps entre les particules d'un gaz réel, il est nécessaire d'introduire des termes proportionnels au carré et au cube de la densité, en plus du terme linéaire. En rappelant que $\varepsilon_r = n^2$, l'équation (1.2) peut s'écrire sous la forme

$$\frac{n^2-1}{n^2+2} = A_R\rho + B_R\rho^2 + C_R\rho^3 + \cdots = \rho(A_R + B_R\rho + C_R\rho^2 + \cdots), \tag{1.3}$$

où $B_R$ et $C_R$ sont les 2ème et 3ème coefficients du viriel de réfractivité du gaz considéré et $A_R$ sa réfractivité (polarisabilité) molaire, qui, à son tour, est liée à la polarisation moléculaire, par :

$$A_R = {N_A\alpha_{pol}}/{3\varepsilon_0}, \tag{1.4}$$

avec $N_A$ la constante d'Avogadro [15].

L'équation (1.3) est aujourd'hui connue sous le nom d'équation de Lorentz-Lorenz [3,4,15,29–32], même si l'expression de Lorentz-Lorenz originelle ne comportait pas les termes non linéaires de densité.

Les écarts à la linéarité de la réfractivité d'un gaz pur par rapport à un gaz parfait sont dus aux interactions entre les atomes et/ou molécules et sont prises en compte par les coefficients du viriel de réfractivité $B_R$ et $C_R$. Pour l'hélium, ces coefficients peuvent être calculés avec plus de précision qu'ils ne peuvent être mesurés [33]; tandis que pour les autres gaz (argon, azote…), les mesures faites en utilisant des moyens classiques de mesure de pression, sont plus exactes que la théorie actuelle [4].

Les étapes détaillées pour obtenir l'équation de la réfractivité d'un gaz dans le FP sont fournies dans l'Annexe A. Pour déterminer la densité molaire d'un gaz $\rho$ à partir de sa réfractivité, il est avantageux de procéder à un développement à l'ordre 2 en $(n-1)$ de l'équation (1.3), ce qui conduit à :

$$\frac{n^2-1}{n^2+2} = (n-1)\left[\frac{2}{3} - \frac{1}{9}(n-1) - \frac{4}{27}(n-1)^2\right] = \rho(A_R + B_R\rho + C_R\rho^2 + \cdots)\,. \tag{1.5}$$

A partir de cette équation et en utilisant le théorème des inversions de séries [34], la densité du gaz peut être exprimée comme une série convergente comprenant des termes d'ordres successifs croissants de la réfractivité [4,15] :

$$\begin{aligned}\rho = \frac{2}{3A_R}(n-1) &+ \left(-\frac{1}{9A_R}\left(1 + 4\frac{B_R}{{A_R}^2}\right)\right)(n-1)^2 \\ &+ \left(-\frac{4}{27A_R}\left[1 - \frac{B_R}{{A_R}^2} + 2\frac{C_R}{{A_R}^3} - 4\left(\frac{B_R}{{A_R}^2}\right)^2\right]\right)(n-1)^3 + \cdots\,.\end{aligned} \tag{1.6}$$

Les détails du calcul permettant d'établir l'expression (1.5) et de passer de cette équation à l'équation (1.6) sont présentés en Annexe B. Cette annexe précise également que ces équations approchées peuvent être utilisées sans induire d'erreur supérieure à 0,1 ppm.

### 1.2.2. Relation entre pression et densité d'un gaz

À très basse pression (<< 100 kPa), lorsque les interactions inter-particules sont faibles, l'équation d'état du gaz à l'équilibre thermodynamique est régie par la loi des gaz parfaits [21].

$$p = \rho RT, \tag{1.7}$$

où $p$ est la pression thermodynamique du gaz, $T$ est sa température et la constante molaire des gaz $R = kN_A$ est le produit de la constante de Boltzmann $k$ et du nombre d'Avogadro $N_A$. Suite à la redéfinition du SI en 2019, $R$ est définie comme une constante sans incertitude [21,35,36].

Le comportement d'un gaz réel est décrit en introduisant la compressibilité $Z$ dans l'équation (1.7), laquelle peut être écrite sous la forme d'un développement du viriel sur la densité molaire $\rho$ [4], comme suit

$$p = \rho RTZ = \rho RT\left(1 + B_\rho \rho + C_\rho \rho^2 + \cdots\right), \tag{1.8}$$

où, tout comme les paramètres $B_R$ et $C_R$, les 2ème et 3ème coefficients du viriel de densité $B_\rho$ et $C_\rho$ peuvent être calculés pour l'hélium avec une meilleure exactitude qu'ils ne peuvent être mesurés [37–39]. Pour les gaz autres que l'hélium, à l'heure actuelle, les coefficients du viriel de densité peuvent être mesurés avec une précision supérieure à celle de leur calcul à température ambiante [4].

Ces coefficients du viriel de densité d'ordre supérieur prennent en compte les collisions multimoléculaires, la variation du taux de collision avec le diamètre effectif des molécules, etc. Il est clair que l'influence des termes d'ordre supérieur diminue rapidement avec la baisse de la pression, en particulier en dessous de la pression atmosphérique [3].

### 1.2.3. Pression thermodynamique et réfractivité d'un gaz

En insérant l'équation (1.6) dans l'équation (1.8), le terme de densité $\rho$ peut être éliminé, et la pression est exprimée sous forme d'une série de puissances de réfractivité $(n-1)$ [4,12,15,16,19,21] :

$$p = C_1(T)(n-1) + C_2(T)(n-1)^2 + C_3(T)(n-1)^3 + \cdots, \tag{1.9}$$

où, les coefficients $C_1(T)$, $C_2(T)$ et $C_3(T)$ dépendant des coefficients du viriel de réfractivité et de densité, comme détaillé dans le Tableau 1.1. Les détails de l'obtention de l'expression (1.9) sont présentés en Annexe C.

| Coefficient | Relation aux coefficients du viriel |
|---|---|
| $C_1(T)$ | $\frac{2RT}{3A_R}$ |
| $C_2(T)$ | $\frac{RT}{9{A_R}^3}\left[-{A_R}^2 + 4A_R B_\rho - 4B_R\right]$ |
| $C_3(T)$ | $\frac{4RT}{27{A_R}^5}\left[-{A_R}^4 - B_\rho {A_R}^3 + B_R {A_R}^2 - 4A_R B_R B_\rho + 4{B_R}^2 + 2C_\rho {A_R}^2 - 2A_R C_R\right]$ |

**Tableau 1.1.** Expressions des coefficients $C_1(T)$, $C_2(T)$ et $C_3(T)$ en fonction des coefficients du viriel reliant la pression d'un gaz pur à sa réfractivité.

Les coefficients du viriel d'ordre supérieur n'ont pas la même contribution relative sur l'ensemble de la gamme de pression. Il est intéressant de quantifier cette contribution afin de déterminer les termes qui prédominent et d'aboutir à une formulation analytique simplifiée de l'incertitude sur la mesure de pression en fonction de l'incertitude des différents paramètres de l'équation (1.9).

Autour de la pression atmosphérique, l'étalon primaire de pression du LNE a une incertitude de 9 ppm à $k = 2$, c'est donc l'incertitude visée en premier lieu par notre réfractomètre. Par conséquent, nous considérons que les termes du viriel peuvent être ignorés s'ils contribuent pour moins de 10 % à cette incertitude, soit moins de 0,9 ppm sur la mesure de pression thermodynamique.

La Figure 1.2 illustre l'écart relatif en ppm de la mesure de pression avec et sans prise en compte des coefficients $C_2(T)$ et $C_3(T)$ pour l'azote à une longueur d'onde de travail de 532 nm et à une température de 302,966 K, sur une gamme de pression allant de1 Pa à 100 kPa.

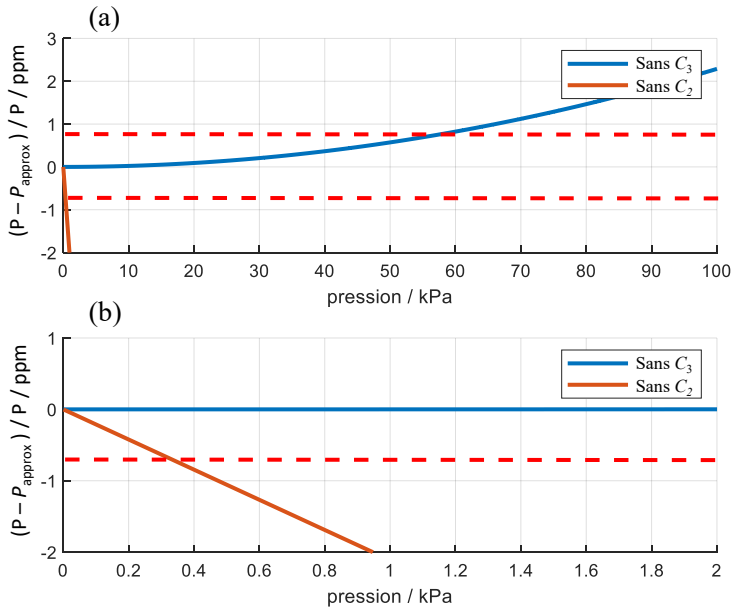


**Figure 1.2.** Ecart relatif sur des calculs de pression thermodynamique d'azote en négligeant successivement $C_2(T)$ et $C_3(T)$ sur les gammes (a) 1 Pa – 100 kPa et (b) 1 Pa – 2 kPa.

Pour des pressions inférieures à 60 kPa, la valeur de $C_3(T)$ peut être négligée, car l'erreur commise sur la mesure de la pression est inférieure à 0,9 ppm. Par conséquent, l'équation (1.9) peut être simplifiée comme suit

$$p \approx \frac{2RT}{3A_R}(n-1) + \frac{RT}{9{A_R}^3}\left[-{A_R}^2 + 4A_R B_\rho - 4B_R\right](n-1)^2 \cdot \tag{1.10}$$

De même, pour des pressions inférieures à 400 Pa, la valeur de $C_2(T)$ peut être négligée et donc la valeur de la pression ne dépend que de la polarisabilité molaire $A_R$. Par conséquent, l'équation (1.9) se réduit au cas d'un gaz parfait et devient

$$p \approx \frac{2RT}{3A_R}(n-1) \cdot \tag{1.11}$$

Finalement, les équations peuvent être adaptées pour des gammes spécifiques de mesures de pression thermodynamique, garantissant un écart maximal par rapport à la valeur vraie inférieur à 0,9 ppm.

Ces expressions simplifiées sont d'autant plus applicables que l'impact de la suppression des termes d'ordre supérieur sur l'incertitude de la pression thermodynamique demeure négligeable. A titre d'exemple, pour une pression de 40 kPa, que l'on prenne en compte la valeur réelle du terme $C_3(T)$ ou que l'on ajoute une erreur de 10 %, l'écart entre les deux mesures de pression est de seulement 0,07 ppm. Par conséquent, les expressions approchées (1.10) et (1.11) peuvent être utilisées dans leur gamme de pression respective sans que cela ait un impact significatif sur la valeur et l'incertitude de la pression mesurée.

Chaque équation associée à une gamme de pression spécifique doit être accompagnée d'une incertitude. Cette incertitude peut être calculée soit en utilisant la loi de propagation des incertitudes en passant par les coefficients de sensibilité (voir Annexe D), soit en utilisant la méthode de Monte-Carlo avec l'aide du logiciel 'LNE UNCERTAINTY', développé par le LNE, et qui se base sur le supplément numéro 1 du GUM [40].

## 1.3. Gaz adaptés à la réfractométrie et leurs coefficients du viriel

L'interférométrie optique basée sur le réfractomètre de type Fabry-Perot est une technique dans laquelle la densité d'un gaz est déduite de la mesure de la réfractivité et de la connaissance de la polarisabilité molaire. Cette approche intéresse les LNM, car une fois la densité déterminée, la pression du gaz (ou la température thermodynamique) peut être déduite (« réalisée ») lorsque la température (ou la pression) est connue.

Parmi les nombreuses propriétés physiques d'un gaz, la réfractivité (polarisabilité) molaire $A_R$ est le paramètre le plus important à prendre en compte. Elle exprime l'effet de la densité moléculaire du gaz sur la vitesse de la lumière qui le traverse, et est souvent utilisée en spectroscopie pour déterminer la concentration d'un gaz dans un mélange. La réfractivité molaire, exprimée en unités de volume par mole ($m^3$/mol), dépend de la température, de la nature du fluide et de la longueur d'onde de la lumière utilisée pour la mesure.

En plus de la réfractivité molaire, les coefficients du viriel de densité et réfractivité d'ordre supérieur doivent également être pris en compte. Il est important de considérer la valeur d'incertitude la plus faible pour chaque paramètre du gaz afin d'obtenir une mesure de pression thermodynamique avec la meilleure exactitude.

### 1.3.1. Choix du gaz

La réalisation du pascal par voie optique en utilisant de l'hélium est considérée comme primaire : c'est-à-dire que la grandeur physique mesurée est décrite par des équations fondamentales, dans lesquelles tous les paramètres sont connus indépendamment de la grandeur à mesurer.

De plus, les calculs quantiques *ab initio* de haute précision, permettant de déterminer la relation entre la réfractivité et la pression sont réalisables uniquement pour l'hélium, en raison de la complexité associée aux autres atomes/molécules. Ces calculs théoriques permettent de déterminer la pression à n'importe quelle longueur d'onde [41] avec une incertitude bien inférieure aux mesures expérimentales de pression [3,37,38].

Les travaux récents de Puchalski *et al.* [33] ont permis d'établir le calcul le plus précis à ce jour de la réfractivité de l'hélium, ce qui constitue une base théorique solide [3] pour la réalisation de nouveaux étalons de pression ayant une meilleur exactitude que les moyens actuels. Leur calcul de la réfractivité de l'hélium à une longueur d'onde de 633 nm présente une incertitude environ deux ordres de grandeur inférieure à celle des mesures les plus précises.

Cependant, l'utilisation de l'hélium en métrologie des gaz, en tant qu'étalon primaire de pression, présente plusieurs problèmes pratiques [4].

- Sa faible polarisabilité et la sensibilité de son indice de réfraction à la pression $\frac{dn}{dp}$ de $3{,}2 \times 10^{-10}$/Pa à température ambiante, entraînent une erreur systématique relativement importante liée aux déformations mécaniques du réfractomètre causées par la variation de pression.

- De plus, cette faible polarisabilité implique également une grande sensibilité aux contaminants, ce qui nécessite la mise en place de procédures adaptées de manipulation afin d'assurer sa pureté.
- Dans l'hélium, la pression est sensible de manière quasi équivalente à des variations de réfractivité (liées aux variations de température) et à la dilatation thermique du FP, ce qui rend leur distinction complexe.
- Sa rareté à haute pureté et son coût élevé le rendent moins accessible que d'autres gaz.
- Enfin, l'hélium est susceptible de pénétrer dans certains matériaux, en particulier dans la silice et le verre Ultra-Low Expansion (ULE) [42], altérant ainsi les dimensions du réfractomètre. Cette déformation est difficile à dissocier de la déformation physique du réfractomètre liée aux variations de température et de pression, ainsi que de la profondeur de pénétration du faisceau laser dans les miroirs. De plus, le processus de désorption de l'hélium par le verre est particulièrement lent, nécessitant 3 fois plus de temps que son absorption, pour permettre au réfractomètre de progressivement retrouver sa forme initiale.

Pour être considéré comme une alternative à l'hélium, le gaz choisi doit avoir une polarisabilité importante et être disponible en ultra-haute pureté. De plus, il doit répondre aux exigences pratiques de sécurité (ni toxique, inflammable ou explosif) [4]. Pour tout gaz autre que l'hélium, les calculs théoriques des coefficients du viriel et de la réfractivité du gaz ne permettent pas à l'heure actuelle de disposer de valeurs théoriques plus exactes que les mesures expérimentales disponibles dans la littérature.

Les meilleurs candidats, compte tenu des critères précédemment cités, sont l'azote et l'argon. En principe, l'argon est préférable car il a de nombreuses propriétés calculables [43,44], et il se comporte comme un gaz thermométrique parfait contrairement à l'azote, dont la polarisabilité dépend de la température. Cependant, dans la pratique, entre les deux gaz, il n'y a pas de critère qui serait nettement plus favorable à l'un ou l'autre.

Nous avons finalement choisi d'effectuer nos expériences avec de l'azote gazeux en raison de son coût modéré, de sa haute pureté de 99,9999 % disponible commercialement et ayant une durée de vie sans pollution de quelques années, ainsi que son rapport $\frac{dn}{dp}$ environ huit fois supérieurs à celui de l'hélium. Néanmoins, le dispositif expérimental est compatible avec l'utilisation de l'argon, qui pourrait être utilisé si des progrès importants sur le calcul de ses coefficients du viriel étaient réalisés par les équipes de recherche.

### 1.3.2. Coefficients du viriel : techniques de mesure, valeurs et incertitudes associées

Depuis plusieurs décennies, de nombreux travaux se sont focalisés sur la mesure et le calcul des coefficients du viriel de réfractivité et densité pour différents gaz à plusieurs longueurs d'onde.

En 1981, Montixi a utilisé un interféromètre Fabry-Perot sphérique pour déterminer, avec une précision jusqu'alors jamais atteinte, l'indice de réfraction de l'argon à 25 °C. La réfractivité molaire $A_R$ et le deuxième coefficient du viriel de réfraction $B_R$ ont été mesurés dans le spectre visible entre 435,9 nm et 632,9 nm, et une valeur du troisième coefficient $C_R$ a été donnée pour la première fois (*cf.* Ref. [45], Tab. 1).

Deux années plus tard, le même interféromètre est utilisé dans de l'azote à 25 °C pour en déterminer ses trois coefficients du viriel de réfractivité (*cf.* Ref. [46], Tab.3).

En 1991, H. J. Achtermann et son équipe ont mesuré les coefficients du viriel de réfractivité de neuf gaz différents, à savoir Ar, $N_2$, $H_2$, $SF_6$, $CO_2$, $C_2H_6$, $C_2H_4$, et $CH_4$, à plusieurs longueurs d'onde dans le spectre visible. Les mesures ont été réalisées par interférométrie différentielle à l'Institut für Thermodynamik, (Université de Hannover, *cf.* Ref. [29], Tab. 1).

En 1998, Moldover a proposé un étalon de pression basée sur l'équation d'état et la loi des gaz parfaits ($p = \rho RT$) [47]. À cette époque, la méthode la plus prometteuse pour déterminer la densité molaire du gaz $\rho$ consistait à la déduire des mesures de la constante diélectrique combinées à la relation de Clausius-Mossotti (équation (1.2)). Un étalon primaire de pression serait basé sur l'utilisation de l'hélium, car ses coefficients du viriel peuvent être calculés, avec une précision approchant celle des meilleures déterminations expérimentales de l'époque [4].

Pendrill a repris l'idée d'utiliser les mesures de densité de gaz pour déterminer des quantités thermodynamiques, en 2004 [26]. Il a examiné de près l'interférométrie laser et les mesures de réfractivité des gaz comme alternatives aux mesures de permittivité par un pont de capacité, puisqu'en électrodynamique, l'équation de Lorentz-Lorenz équivaut à la relation de Clausius-Mossotti.

À cette époque, les meilleurs réfractomètres laser mesuraient la réfractivité de l'air avec une incertitude relative d'environ $10^{-4}$. Les niveaux d'incertitudes atteints sur les valeurs de densité d'hélium déduites de mesures de réfractivité étaient inférieur d'un facteur 500 à ceux des étalons de pression de pointe, tels que les manomètres à mercure (UIM) [22,48]. Peu de temps après Pendrill, Stone et Stejskal ont décrit une méthode permettant de corriger les erreurs d'un réfractomètre laser en utilisant de l'hélium comme étalon de réfractivité [49].

En 2007, Schmidt *et al*. ont réussi la première réalisation sub-$10^{-5} \cdot p$ du pascal dans l'équation d'état, où la densité a été déduite par des mesures micro-ondes de la réfractivité de l'hélium pour $p > 1$ MPa [50]. La distorsion induite par la pression dans le résonateur micro-ondes a été corrigée en tant que compressibilité isotherme.

Depuis la proposition originale de Moldover [47], plusieurs travaux théoriques ont permis de réduire les incertitudes sur les calculs de réfractivité de l'hélium à tel point qu'aujourd'hui, la relation entre pression thermodynamique et réfractivité est connue avec une incertitude de $10^{-6}$ pour des pressions atteignant 3 MPa [33]. Malgré ces avancées sur le calcul des propriétés de l'hélium, qui ont ouvert la voie à la réalisation du pascal thermodynamique à moins de 1 µPa/Pa aux fréquences optiques, les expériences actuelles accusent un retard en termes d'incertitudes d'un ordre de grandeur ou plus par rapport à la théorie [4].

En 2016, Egan *et al*. ont fourni la valeur de la polarisabilité molaire de l'azote ayant la plus faible incertitude obtenue jusqu'à présent, obtenue grâce à un manomètre à mercure [8].

En 2019, Egan *et al*. ont réalisé la mesure des coefficients $C_1(T)$, $C_2(T)$ et $C_3(T)$ pour six gaz différents, à savoir Ne, Ar, Xe, $N_2$, $CO_2$ et $N_2O$ à 293,1529 K et 632,9908 nm pour $p \leq 500$ kPa [4]. Ces paramètres dépendent des coefficients du viriel de réfractivité et de densité. La polarisation molaire résultante $A_R$ pour chaque gaz est associée à une incertitude type de $16 \times 10^{-6} \cdot A_R$. La technique utilisée est basée sur un réfractomètre laser appelé Interféromètre Monolithique pour Réfractométrie (MIRE) [13].

Dans le cadre du développement de la Métrologie des Gaz à Indice de Réfraction (RIGM) qui comprend également une gamme d'applications en dehors des réalisations de température, telles que les étalons de pression et les mesures des propriétés physiques des gaz, Rourke a proposé en 2021 différentes approches pour réduire les incertitudes de cette méthode [41].

Le Tableau 1.2 résume les données de référence recommandées et les plus récentes pour les propriétés physiques de l'hélium, de l'argon et de l'azote, à savoir $A_R$, $B_R$, $C_R$, $B_\rho$ et $C_\rho$, telles que données l'article de Rourke [41].

| Coefficient | Gaz | Référence | Source | Valeur et incertitude associées ($k$ = 1) |
|---|---|---|---|---|
| $A_R$ | Hélium | Puchalski *et al.* [33,51] et Pachucki and Puchalski [52] | Théorique | $0{,}520\ 255\ 65(5)\ \mathrm{cm^3mol^{-1}}$ * |
| | Argon | Egan *et al.* [4] | Expérimentale | $4{,}195\ 685(64)\ \mathrm{cm^3mol^{-1}}$ * |
| | Azote | Egan *et al.* [4]<br>Egan *et al.* [8] | Expérimentale | $4{,}446\ 107(68)\ \mathrm{cm^3mol^{-1}}$ *<br>$\mathbf{4{,}446\ 139(15)\ cm^3mol^{-1}}$ * |
| $B_R$ | Hélium | Garberoglio and Harvey [43] | Théorique | Données dans le tableau 1 de l'article [43], en fonction de la température * |
| | Argon | Garberoglio and Harvey [43] | Théorique | Données dans le tableau 3 de l'article [43], en fonction de la température * |
| | Azote | Achtermann *et al.* [8,29] | Expérimentale | $0{,}81(20)\mathrm{cm^6mol^{-2}}$ * |
| $C_R$ | Argon | Achtermann *et al.* [53] | Expérimentale | $-85{,}4(20)\ \mathrm{cm^9mol^{-3}}$ à 303 K |
| | Azote | Achtermann *et al.* [8,29] | Expérimentale | $-89(10)\ \mathrm{cm^9mol^{-3}}$ * |
| $B_\rho$ | Hélium | Czachorowski *et al.* [54] | Théorique | Données dans les tableaux 2 et 3 de l'article [54] |
| | Argon | Rourke [41] | Expérimentale | $[-(2{,}42083\times10^{-4})T^2+0{,}226921\,T-43{,}6894-(1{,}60110\times10^6)T^{-2}](0{,}025)\ \mathrm{cm^3mol^{-1}}$ |
| | Azote | Rourke [41] | Expérimentale | $[-(6{,}56741\times10^{-4})T^2+0{,}589747\,T-122{,}408](0{,}22)\ \mathrm{cm^3mol^{-1}}$ |
| $C_\rho$ | Hélium | Garberoglio *et al.* [55,56] | Théorique | Données dans les tableaux 6 des articles [55] et [56] en fonction de la température |
| | Argon | Cencek *et al.* [57] | Théorique | Données dans le tableau 3 de l'article [57] |
| | Azote | Rourke [41] | Expérimentale | $[-3{,}40701\,T+2465{,}48]\ (84)\ \mathrm{cm^6mol^{-2}}$ |

* À une longueur d'onde optique de 632,9908 nm et une température de 293,1529 K.

* À une longueur d'onde optique de 632,9908 nm et une température de 302,919 K.

* À une longueur d'onde optique de 632,9908 nm.

**Tableau 1.2.** Synthèse des données de référence recommandées pour les propriétés physiques de l'hélium, de l'argon et de l'azote.

### 1.3.3. Réfractivité molaire de l'azote à 532 nm

Le LNE-Cnam se distingue des autres laboratoires nationaux de métrologie en réalisant la mesure de la pression thermodynamique de l'azote à une longueur d'onde de 532 nm issue d'un laser Nd:YAG. Cette mesure donc requiert la détermination de l'ensemble des coefficients du viriel à cette longueur d'onde.

Pour ce qui est de l'azote à 532 nm, les coefficients du viriel de réfractivité ($A_R, B_R$ et $C_R$) et de densité ($B_\rho$ et $C_\rho$) sont quasiment indisponibles dans la littérature, contrairement à l'hélium où à l'argon. L'objectif de cette section est de déterminer les valeurs de ces paramètres avec les incertitudes les plus faibles possibles.

En ce qui concerne la réfractivité molaire $A_R$ de l'azote à 532 nm, seules deux valeurs sont disponibles.

- Un rapport interne au LNE-Cnam, datant de 2013, qui donne une valeur mesurée de $A_R$ de l'azote (532,2 nm, 23 °C et pression atmosphérique) de $4{,}47097(23)\ \mathrm{cm^3 mol^{-1}}$. L'incertitude sur $A_R$ correspond à la répétabilité des mesures ($k = 2$).
- Les travaux menés par Montixi *et al.* qui fournissent les valeurs de la polarisabilité molaire dans la gamme électromagnétique du visible. La valeur de $A_R$ à 532 nm est évaluée à $4{,}4707(10)\ \mathrm{cm^3 mol^{-1}}$ ($k = 2$) [46].

Les incertitudes associées à ces valeur de $A_R$ ne sont pas compatibles avec notre objectif et sont nettement plus élevées que les incertitudes de la réfractivité molaire mesurée à d'autres longueurs d'onde. À titre d'exemple, les résultats obtenus par Egan *et al*. à 633 nm [8] montrent une incertitude relative sur la polarisabilité molaire qui est environ trente fois inférieure à celle obtenue par Montixi, et sept fois inférieure à celle mesurée par le LNE-Cnam.

Par conséquent, en utilisant les valeurs de la polarisabilité à 532 nm trouvées dans la littérature, l'incertitude associée à la mesure de pression thermodynamique au LNE-Cnam dépasserait celle des autres LNM travaillant à des longueurs d'onde différentes de 532 nm. Il est donc recommandé d'opter pour l'extrapolation de la valeur de la polarisabilité molaire présentant la plus faible incertitude, mesurée à une température et une longueur d'onde spécifiques, vers une longueur d'onde de 532,2 nm et une température de 302,966 K.

#### 1.3.3.1. Extrapolation de la réfractivité molaire en fonction de la température

Selon les travaux de Buldakov *et al.* [58] ainsi qu'Egan *et al.* [4], la polarisabilité molaire de l'azote présente une faible dépendance à la température entre 200 K et 1500 K estimée entre 0,5 et 1– 3 ppm/K. Ils ont fourni une approximation linéaire exprimée comme suit [15] :

$$A_R(T_2) = A_R(T_1)\big(1 + A_\theta(T_2 - T_1)\big), \tag{1.12}$$

où $A_\theta$ prend une valeur de $1{,}18(4) \times 10^{-6}\mathrm{K}^{-1}$ (à $\lambda = 632{,}9908$ nm), et les températures $T_1$ et $T_2$ représentent successivement les valeurs de mesure et d'extrapolation.

En comparant les données du Tableau 1.2, on constate une différence absolue de 32 ppm entre les deux valeurs de la polarisabilité molaire de l'azote fournies par d'Egan *et al*. [4] et [8]. Cet écart est dû à la différence de température de 9,77 K à laquelle les mesures ont été effectuées. De plus, on constate un facteur de 4,5 ($k = 1$) entre les incertitudes de $A_R$ données dans ces deux articles. L'article d'Egan de 2016 rapporte la polarisabilité de l'azote par rapport à un manomètre à mercure, assurant ainsi la traçabilité à l'échelle de pression mécanique [8]. En revanche l'article d'Egan de 2019 rapporte la polarisabilité de l'azote par rapport à un transducteur de pression étalonné à l'hélium (primaire), garantissant ainsi une traçabilité à l'échelle de pression optique [4,59].

Par conséquent, la valeur de la polarisabilité molaire présentant l'incertitude la plus faible à ce jour est fournie dans l'article d'Egan *et al*. [8]. Elle a été mesurée à une température de 302,919 K et à une longueur d'onde de 633 nm, obtenant ainsi une valeur de $4{,}446\,139(30)\ \mathrm{cm}^3\mathrm{mol}^{-1}$ ($k = 2$).

Cette valeur de $A_R$ peut être extrapolée à la température de travail au LNE-Cnam, qui est de 302,966 K, en utilisant l'équation (1.12). Le choix de cette température repose sur sa proximité avec le point de fusion du gallium, qui correspond à la température d'étalonnage de la sonde utilisée pour la mesure de température, garantissant ainsi une incertitude minimale sur les mesures de température. L'extrapolation de $A_R$ aboutit une valeur de $4{,}446139\ \mathrm{cm}^3\mathrm{mol}^{-1}$. L'expression permettant le calcul de l'incertitude associée à la polarisabilité molaire extrapolée est la suivante :

$$u\big(A_R(T_2)\big) = \sqrt{u^2\big(A_R(T_1)\big) + A_R(T_1)^2(\Delta T)^2 u^2(A_\theta)}. \tag{1.13}$$

Cependant, la contribution de cette extrapolation en température de la polarisabilité molaire sur la mesure de la pression thermodynamique est négligeable devant celle de la polarisabilité molaire de référence, qui est de 30 ppm ($k = 2$) [15]. Cela implique que la valeur et l'incertitude associées à la polarisabilité molaire à 302,966 K, mesurée thermodynamiquement, sont de $4{,}446\,139(30)\ \mathrm{cm}^3\mathrm{mol}^{-1}$ à $k = 2$ (à 633 nm).

#### 1.3.3.2. Extrapolation de la réfractivité molaire en fonction de la longueur d'onde

En connaissant la réfractivité de l'azote à deux longueurs d'onde différentes, c'est-à-dire, $(n-1)_{\lambda_2}$ et $(n-1)_{\lambda_1}$ à $\lambda_2$ et à $\lambda_1$, respectivement, il est possible d'obtenir une expression pour $A_R$ à $\lambda_2$ en termes de celle à $\lambda_1$ en utilisant l'expression (1.6), avec quelques simplifications [15] :

$$\frac{A_{R,\lambda_2}}{A_{R,\lambda_1}} = \frac{(n-1)_{\lambda_2}}{(n-1)_{\lambda_1}}\left[1 - \frac{\Delta(n-1)}{6}\right], \tag{1.14}$$

avec $\Delta(n-1)$ la différence des indices de réfraction à $\lambda_2$ et à $\lambda_1$, respectivement. Pour l'azote à 101 325 Pa et à 15 °C, la valeur de la réfractivité molaire $(n-1)_{\lambda_i}$ peut être calculée à n'importe quelle longueur d'onde $\lambda_i$ en utilisant l'équation (5) issue de l'article de Peck et Khanna [60], écrite sous la forme

$$10^8(n-1)_{\lambda_i} = \frac{5\,109\,702{,}9}{(183{,}69459 - \frac{1}{\lambda_i^2})} + \frac{212{,}9499}{(7{,}74396 + \frac{1}{\lambda_i^2})} \cdot \tag{1.15}$$

Ainsi les valeurs de la réfractivité de l'azote à 532 nm et à 633 nm sont de $2{,}838019 \times 10^{-4}$ et $2{,}822022 \times 10^{-4}$, respectivement. En prenant en compte ces valeurs absolues de réfractivité, l'incertitude totale associée à $A_{R,\lambda 2}/A_{R,\lambda 1}$ est de 1,3 ppm. Par conséquent, la polarisabilité molaire de l'azote, extrapolée à une température de 302,966 K et une longueur d'onde de 532,2 nm, est de :

$$\boldsymbol{A_R = 4{,}471341(31) \times 10^{-6}\ \mathrm{m^3 mol^{-1}}\ (k = 2)} \cdot$$

L'extrapolation de $A_R$ vers 302,966 K et 532,2 nm entraîne une légère augmentation son incertitude, ce qui se traduit par une légère dégradation de l'exactitude de mesure de la pression thermodynamique. Ce paramètre, qui est directement proportionnel à la pression du gaz, contribue à une incertitude-type de $3{,}5 \times 10^{-6} \cdot p$ sur la mesure de pression thermodynamique. Cette valeur est reportée dans le Tableau 3.5.

La polarisabilité molaire de l'azote extrapolée peut être comparée à plusieurs autres valeurs (*cf.* Figure 1.3), notamment celle du rapport interne du LNE-Cnam, celle fournie par Montixi *et al.* [46], ainsi que celle donnée par Egan *et al.* [4], extrapolée à la longueur d'onde et à la température d'intérêt.

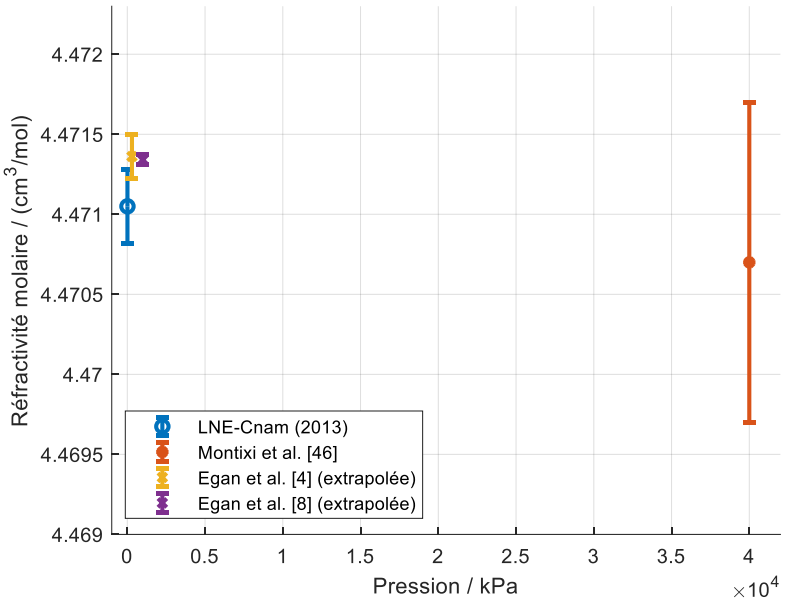


**Figure 1.3.** Comparaison des différentes valeurs de polarisabilité molaire de l'azote à 532 nm et 302,966 K. Les incertitudes sont rapportées à $k = 2$.

La valeur et l'incertitude de la polarisabilité molaire de l'azote à 532 nm, autour du point de fusion du galium, donnée ici, est la plus récente et offre la plus faible incertitude possible, représentant ainsi l'état le plus avancé actuellement disponible.

### 1.3.4. Deuxième et troisième coefficients du viriel de l'azote à 532 nm

En ce qui concerne les coefficients du viriel de réfractivité d'ordre supérieur $B_R$ et $C_R$ pour l'azote à 532 nm, il n'y a pas suffisamment d'informations ou de mesures disponibles pour permettre l'extrapolation de ces coefficients en fonction de la température ou de la longueur d'onde. Cependant, les mesures faites par Achtermann [29] sur l'azote peuvent servir de référence, car pour l'argon, les résultats sont cohérents avec la théorie récente de Garberoglio [43]. Ce dernier suggère également que les déclarations d'Achtermann concernant l'azote peuvent être considérées comme des estimations fiables [43]. Par conséquent, les valeurs des coefficients du viriel de réfractivité d'ordre supérieur pour l'azote, à 532 nm et à 302,966 K, sont :

$$\boldsymbol{B_R = 0,8364(600) \times 10^{-12}\ \mathrm{m^6 mol^{-2}}\ (k\ =\ 1)} \cdot$$

$$\boldsymbol{C_R = -\,81,758(5000) \times 10^{-18}\ \mathrm{m^9 mol^{-3}}\ (k\ =\ 1)} \cdot$$

Les mesures des coefficients du viriel de densité d'ordre supérieur $B_\rho$ et $C_\rho$ pour l'azote avec les plus faibles incertitudes ont été réalisées par Rourke [41]. Ces coefficients varient en fonction de la

température, comme le montre le Tableau 1.2. Ainsi, pour une température de 302,966 K, les valeurs de $B_\rho$ et $C_\rho$ sont :

$$\boldsymbol{B_\rho = -4,02(22) \times 10^{-6}\ \mathrm{m^3 mol^{-1}}\ (k\ =\ 1)} \cdot$$

$$\boldsymbol{C_\rho = 1,433(84) \times 10^{-9}\ \mathrm{m^6 mol^{-2}}\ (k\ =\ 1)} \cdot$$

## 1.4. Incertitude sur la pression thermodynamique : contribution de la réfractivité et des coefficients du viriel

Pour réaliser le pascal thermodynamique par voie optique dans une gamme allant de 100 Pa à la pression atmosphérique (100 kPa) avec une incertitude relative au moins équivalente à celle des mesures par voie mécanique, il est essentiel de connaître (calculer et/ou mesurer) la réfractivité du gaz utilisé, ainsi que ses coefficients du viriel de densité et de réfractivité à la température et longueur d'onde d'intérêt, avec de faibles incertitudes.

Le Tableau 1.3 présente un budget d'incertitudes sur une mesure optique de la pression d'azote à 50 kPa, pour une longueur d'onde de 532,2 nm et à une température de 29,816 °C. Il détaille les contributions de la réfractivité ($n$ – 1) et des coefficients $C_1(T)$, $C_2(T)$ et $C_3(T)$. Ce calcul est réalisé avec la méthode de Monte-Carlo en utilisant le logiciel LNE Uncertainty [40].

| Paramètre | Incertitude | Coefficient de sensibilité | Contribution à l'incertitude sur p / ppm |
|---|---|---|---|
| $C_1(T)$ | $1,48 \times 10^3$ Pa | $1,33 \times 10^{-4}$ | 3,9 |
| $C_2(T)$ | $1,23 \times 10^7$ Pa | $1,77 \times 10^{-8}$ | 4,4 |
| $C_3(T)$ | $7,02 \times 10^8$ Pa | $2,36 \times 10^{-12}$ | 0,03 |
| $n$ - 1 | $1,25 \times 10^{-9}$ | $3,76 \times 10^8$ Pa | 9,4 |
| **Impureté** | xx | xx | 0,1 |
| **Incertitude-type sur la pression à 50 kPa** | | | **11,1** |

**Tableau 1.3.** Incertitudes sur la mesure de pression en fonction des paramètres du gaz et de la réfractivité à 50 kPa ($k$ = 1).

L'incertitude associée à la mesure de pression thermodynamique à 50 kPa, de 11,1 ppm en relatif et de 0,56 Pa en absolue, est principalement influencée par trois facteurs.

1. **La réfractivité molaire de l'azote ($n$ – 1) :** l'incertitude associée à cette grandeur est dominée à 99 % par l'incertitude liée au coefficient de déformation mécanique du réfractomètre $\beta$. Par conséquent, il devient impératif de mesurer ce paramètre de la manière la plus précise possible, notamment en recourant à la méthode dite « des deux gaz ».
2. **Le deuxième coefficient $C_2(T)$ :** l'incertitude sur ce terme est dominée par l'incertitude liée au deuxième coefficient du viriel de densité $B_\rho$, à hauteur de 99 %.
3. **Le premier coefficient $C_1(T)$ :** l'incertitude sur ce paramètre est principalement affectée par l'incertitude liée à deux facteurs : la température (51 %) et la polarisabilité molaire $A_R$ de l'azote (49 %).

Ces trois observations sont en accord avec les contribution des paramètres énoncées dans le budget d'incertitudes final présenté par la suite (*cf.* § 3.5). Ce dernier indique que les principaux contributeurs à l'incertitude sur la pression thermodynamique, autour de la pression atmosphérique, sont $\beta$(40 %), $B_\rho$(23 %), $T$(17 %) et $A_R$(17 %). De plus, il révèle que la contribution du terme $C_3(T)$ se révèle insignifiante, ce qui concorde avec les explications fournies dans la section 1.2.3.

La contribution de la réfractivité et des coefficients du viriel sur le calcul d'incertitude sur la pression obtenue avec la méthode de Monte-Carlo peut être validé en la comparant avec la méthode de propagation des incertitudes.

On rappelle qu'à une pression de 50 kPa, les termes $C_R(T)$ et $C_\rho(T)$ peuvent être négligés en raison de leur faible influence. En effectuant la dérivée partielle pour chaque paramètre de l'équation (1.10), on parvient à l'expression (D.5) de l'Annexe D.

Après application numérique, l'incertitude-type obtenue par la méthode de propagation des incertitudes est de 11 ppm en relatif et de 0,55 Pa en absolu. Cette valeur est identique à 0,1 ppm près à celle obtenue par la technique de Monte-Carlo du Tableau 1.3. Ces résultats valident à la fois l'équation (1.10) simplifiée pour la mesure de pression thermodynamique, ainsi que les deux méthodes de calcul d'incertitudes associées à cette valeur de pression.

Les impuretés liées au gaz contribuent de manière négligeable sur la mesure de la pression de l'azote en raison de sa haute pureté, atteignant 99,9999 % selon les spécifications du fabriquant.

# Deuxième partie :

# Réfractométrie par interférométrie de type Fabry-Perot

Sommaire


**2. Réfractométrie par interférométrie de type Fabry-Perot** ..... 41

**2.1. Interféromètre de type Fabry-Perot** ..... **42**

2.1.1. Principes de fonctionnement ..... 42

2.1.2. Modes transverses et longitudinaux dans une cavité plan sphérique ..... 44

**2.2. Exemple de mise en œuvre : le réfractomètre de type Fabry-Perot développé au LNE-Cnam** **46**

2.2.1. Expression de la réfractivité d'un gaz dans un réfractomètre à simple cavité ..... 48

2.2.2. Paramètres intrinsèques du réfractomètre ..... 51

2.2.2.1. Dérive à long terme du réfractomètre ..... 52

2.2.2.2. Coefficient de dilatation thermique linéaire ..... 53

2.2.2.3. Coefficient de déformation mécanique ..... 54

2.2.2.4. Intervalle spectral libre ..... 56

**2.3. Réfractomètres développés dans les laboratoires nationaux de métrologie** ..... **58**

# 2. Réfractométrie par interférométrie de type Fabry-Perot

Le développement d'étalons de pression thermodynamique utilisant des cavités Fabry-Perot (FP) [12,61,62] semble être aujourd'hui le meilleur choix pour compléter, voire à long terme remplacer, les méthodes conventionnelles de mesure de pression. En effet, l'interféromètre FP présente de multiples avantages en tant qu'instrument de mesure optique.

- Tout d'abord, s'agissant d'un interféromètre résonant, il permet d'atteindre une résolution supérieure à celle d'autres types d'interféromètres tel que l'interféromètre Michelson ou l'interféromètre non résonant MIRE [13]. Cette haute résolution découle de la faible dimension de l'instrument (quelques centimètres), comparée à sa longueur d'interaction effective de quelques centaines de mètres, ce qui permet une interaction significative entre la lumière et le gaz. En basses pressions (< 100 kPa) et à température ambiante, les performances d'un FP sont également meilleures que celles des capteurs de pression capacitifs ou à micro-ondes.
- La capacité du FP à mesurer de manière extrêmement fiable ses paramètres intrinsèques permet de corriger les erreurs liées aux déformations du réfractomètre causées par les fluctuations de pression et de température lorsqu'elles se produisent.
- Cette technique de mesure optique permet une mesure de pression thermodynamique sans nécessiter d'actionneurs mécaniques, sujets notamment à de l'usure.
- Le fonctionnement d'un interféromètre de type Fabry-Perot peut facilement être automatisé pour effectuer des mesures de pression sur une large gamme, ce qui permet de réduire les durées de mesures et les interventions humaines, à l'origine de potentielles causes d'erreurs.
- Enfin, les techniques d'interférométrie de type FP peuvent également être déclinées sur des applications sortant de la réalisation du pascal, telles que la thermométrie ou les mesures de propriétés physiques des gaz [41].

Ainsi, l'objet de ce chapitre est, dans un premier temps (§ 2.1), d'exposer les grand principes de fonctionnement d'un interféromètre Fabry-Perot, tel qu'utilisé pour la mesure de pression thermodynamique. Y sont analysés notamment les modes de résonnance caractéristiques d'une cavité FP ainsi que les relations entre les différentes grandeurs propres à ce type de réfractomètres.

Un exemple de mise en œuvre développé au LNE-Cnam est ensuite présenté dans la section 2.2. Les choix effectués en termes de conception et de matériaux sont justifiés en accord avec les exigences

et objectifs de ce travail. La relation fondamentale permettant le calcul de la réfractivité d'un gaz y est également établie, compte-tenu de paramètres intrinsèques de la cavité.

Enfin, la section 2.3 est dédiée aux réfractomètres Fabry-Perot développés les plus avancés dans les laboratoires nationaux de métrologie, avec une mise en évidence des avantages et des incertitudes associées à chaque instrument pour la mesure de pression thermodynamique.

## 2.1. Interféromètre de type Fabry-Perot

### 2.1.1. Principes de fonctionnement

Un interféromètre de type Fabry-Perot est un résonateur optique constitué de deux miroirs hautement réfléchissants placés face à face et entre lesquels passe un faisceau laser, comme représenté Figure 2.1. L'onde lumineuse pénètre dans le résonateur par un des miroirs et effectue plusieurs allers-retours entre ceux-ci, en fonction de leur coefficient de réflexion. Par rapport à un interféromètre non résonant, une telle configuration augmente considérablement la longueur d'interaction entre la lumière et le gaz, ce qui rend le dispositif particulièrement sensible à ses propriétés physiques et son état thermodynamique [63].

Sur le trajet du faisceau, les ondes peuvent subir des interférences constructives ou destructives, en fonction des différences de phase entre les ondes réfléchies. Lorsque la longueur du résonateur $L_0$ est égale à un multiple entier ($m$) de la moitié de la longueur d'onde ($\lambda/2$), les ondes à l'intérieur de la cavité s'additionnent et forment des interférences constructives, créant ainsi une onde stationnaire dans le résonateur (Figure 2.1). En revanche, les longueurs d'onde qui ne remplissent pas cette condition subissent des interférences destructives, ce qui se traduit par une atténuation du signal en sortie du FP.

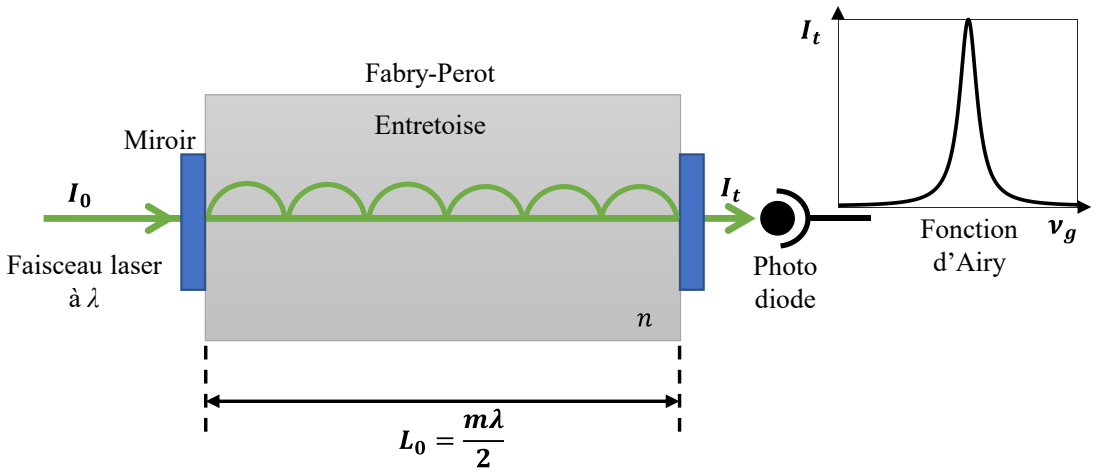


**Figure 2.1.** Schéma de principe d'un réfractomètre de type Fabry-Perot et formation d'interférences constructives.

Lorsqu'il y a interférences constructives dans le réfractomètre, l'intensité de transmission $I_t$ du résonateur varie en fonction du décalage de fréquence $\Delta\nu_m = \nu - \nu_m$ du mode $m$. En admettant que les deux miroirs sont identiques, ayant ainsi les mêmes coefficients de réflexion $R_M$ et de transmission $T_M$, l'intensité $I_t$ peut être écrite sous la forme d'une fonction d'Airy en fonction du terme du décalage en fréquence $\Delta\nu_m$, comme suit [64] :

$$I_t = \frac{T_M^2}{(1-R_M)^2} \frac{I_0}{1 + \frac{4R_M}{(1-R_M)^2} \sin^2\left(\frac{\pi \Delta\nu_m}{\Delta\nu_{ISL}}\right)}, \tag{2.1}$$

$I_0$ étant l'intensité de la lumière incidente sur le premier miroir du FP.

Le spectre de transmission, également appelé transmittance lumineuse, d'un interféromètre Fabry-Perot dépend de la fréquence du laser et il est détecté en sortie de la cavité par une photodiode. Comme illustré Figure 2.2, la transmittance présente une succession de maxima à des fréquences spécifiques, correspondant à des pics d'intensité lumineuse générés par les interférences constructives.

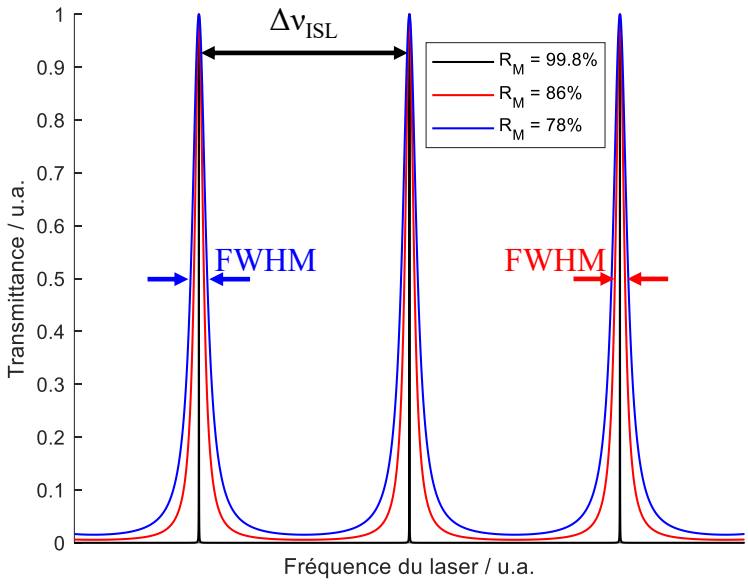


**Figure 2.2.** Transmittance typique d'un Fabry-Perot en fonction de la fréquence du laser pour différents coefficients de réflexion.

La différence de fréquence entre deux pics successifs est appelée **Intervalle Spectral Libre ISL (noté $\Delta\nu_{ISL}$)**. La position, la largeur et la hauteur de ces pics de transmission peuvent fournir des informations sur propriétés intrinsèques du résonateur optique, notamment sa résolution et sa finesse.

La finesse d'un FP quantifie principalement le nombre moyen d'allers-retours qu'un photon effectue entre les miroirs, avant d'être transmis hors de la cavité [65]. Elle peut être exprimée en fonction de l'ISL et de la largeur à mi-hauteur (FWHM Full Width at Half Maximum) des pics de transmission comme suit

$$F = \frac{\Delta\nu_{ISL}}{\text{FWHM}} \cdot \tag{2.2}$$

Pour des miroirs ayant des coefficients de réflexion identiques $R_M$, la finesse $F$ peut également être écrite sous la forme

$$F = \frac{\pi\sqrt{R_M}}{1 - R_M} \cdot \tag{2.3}$$

Cette propriété du FP peut également être reliée à la longueur d'interaction effective de la lumière, $L_{\text{eff}}$, avec le gaz à l'intérieur de cet interféromètre, par la relation

$$L_{\text{eff}} = \frac{2FL_0}{\pi} \cdot \tag{2.4}$$

Par exemple, à l'intérieur d'un interféromètre de 50 mm de longueur, composé de miroirs avec un coefficient de réflexion de 99,97 %, la lumière effectue en moyenne 10470 allers-retours entre ces miroirs, correspondant à une longueur d'interaction effective avec le gaz de 333 m. Un FP ayant une finesse aussi élevée a également une haute résolution. Cette caractéristique permet au capteur optique de discerner plus facilement les fréquences de résonnance, ce qui se traduit par une résolution meilleure que le mPa.

### 2.1.2. Modes transverses et longitudinaux dans une cavité plan sphérique

Le résonateur Fabry-Perot présente une variété de configurations en fonction de la forme de ses miroirs, comme illustré Figure 2.3.

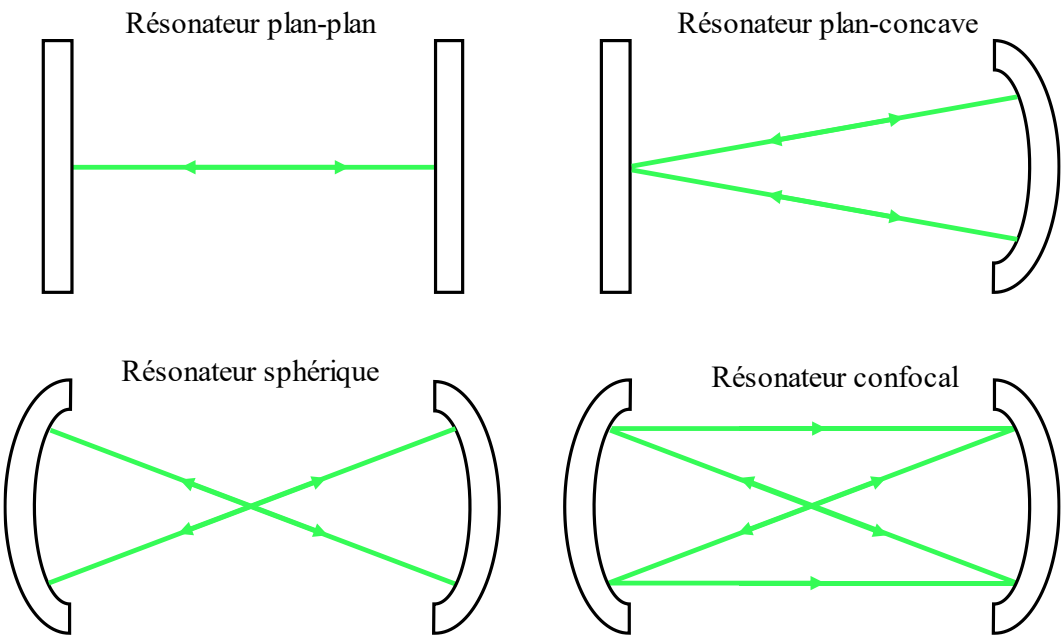


**Figure 2.3.** Exemples de résonateurs optiques stables.

La configuration la plus simple d'une cavité Fabry-Perot permettant de maintenir une résonnance stable est la cavité plan-concave, comme adoptée au LNE-Cnam (*cf.* § 2.2). Ce type de résonateur présente l'avantage d'être moins sensible à l'alignement optique, contrairement aux autres configurations telles que le résonateur plan-plan, où un léger désalignement du faisceau peut entraîner un décalage significatif de la fréquence de résonnance.

Les fréquences optiques $\nu_{qrm}$ correspondant aux modes associés aux ondes stationnaires (résonnances) du réfractomètre, peuvent être exprimées comme suit [66] :

$$\nu_{qrm} = \frac{c}{2L_{FP}}\left[m + \frac{1}{\pi}(q + r + 1)\cos^{-1}\left(\sqrt{g_1 g_2}\right)\right], \tag{2.5}$$

où, $L_{FP}$ est longueur effective du réfractomètre, et $g_{1,2}$ sont les paramètres du résonateur définis comme suit

$$g_{1,2} = 1 - \frac{L_{FP}}{R_{1,2}}, \tag{2.6}$$

où les rayons de courbures $R_{1,2}$ sont positifs pour des miroirs concaves et négatifs pour des miroirs convexes. La condition de stabilité d'un résonateur est exprimée de la manière suivante :

$$0 \leq g_1 g_2 \leq 1 \cdot \tag{2.7}$$

Les fréquences de résonnance $\nu_{qrm}$ de la cavité FP correspondent aux modes électromagnétiques transverses gaussiens (TEM) d'ordre $(q, r)$, également appelés modes Hermite-Gaussiens, et sont désignées par $\mathrm{TEM}_{q,r}$. Les termes $q$, $r$ et $m$ qui peuvent être des entiers positifs ou nuls, décrivent un mode gaussien en spécifiant à la fois sa composante longitudinale et transverse. Plus précisément, les termes $q$ et $r$ sont associés aux modes transverses (indiqués en rouge Figure 2.4), qui caractérisent le modèle d'intensité perpendiculaire à l'axe optique, tandis que $m$ correspond au mode longitudinal (indiqué en bleu Figure 2.4). Ainsi, un mode transverse donné $(q, r)$ peut être associé à différents modes longitudinaux $(m)$, et *vice versa* [66].

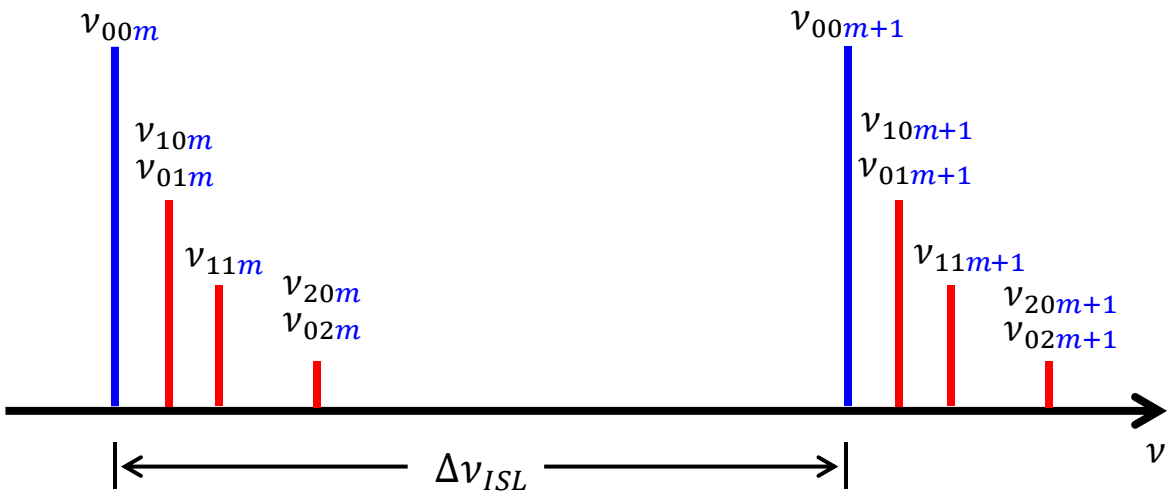


**Figure 2.4.** Modes longitudinaux et transverses dans une cavité résonnante.

Les modes $\mathrm{TEM}_{00}$ sont appelés modes TEM fondamentaux, ou modes longitudinaux, tandis que les modes TEM avec $q, r > 0$ sont appelés modes TEM d'ordre supérieur ou modes transverses.

Dans le cas où la lumière est spatialement adaptée au mode fondamental $\mathrm{TEM}_{00}$, ce qui signifie que les fronts d'onde du faisceau gaussien correspondent parfaitement aux rayons de courbures des miroirs et que le faisceau entrant est aligné sur l'axe optique du résonateur, aucun mode d'ordre supérieur ($q, r > 0$) n'est excité. Dans cette configuration, le spectre de transmission du résonateur se compose uniquement de modes $\mathrm{TEM}_{00}$, qui diffèrent les uns des autres par leurs différents modes longitudinaux $m$.

Les modes transverses d'ordre supérieur peuvent être excités si la lumière du laser incident chevauche spatialement un mode transverse. Cela se produit lorsque le laser n'est pas correctement aligné sur le mode $\mathrm{TEM}_{00}$ de la cavité. Pour éviter cette situation, l'optique à l'entrée de la cavité doit être conçue de manière à ce que l'étendue physique du faisceau laser (la taille et la position) corresponde aux modes fondamentaux de la cavité.

Dans le cas du LNE-Cnam, où le faisceau gaussien est adapté à la cavité FP (*cf.* § 3.1.1), la fréquence du mode fondamental $\mathrm{TEM}_{00}$ de la cavité FP sous vide est évaluée à $5{,}632743 \times 10^{14}$ Hz. Les fréquences des résonnances des deux pics voisins entourant ce pic central sont à $\pm$ 3 GHz.

## 2.2. Exemple de mise en œuvre : le réfractomètre de type Fabry-Perot développé au LNE-Cnam

Le réfractomètre de type Fabry-Perot développé au LNE-Cnam est constitué d'une cavité optique à miroirs plan-concave (*cf.* § 2.2.1) séparés par une entretoise cubique en Zerodur® de classe 0, dont la géométrie et les dimensions sont illustrées Figures 2.5 et 2.6. Les deux miroirs à empilement quart d'onde (QWS Quarter-Wave-Stack) sont adhérés optiquement sur l'entretoise. Ces deux réflecteurs à réseau de Bragg (DBR Distributed Bragg Reflector) sont eux-mêmes constitués d'un substrat et d'un revêtement diélectrique, comme représenté Figure 2.6.

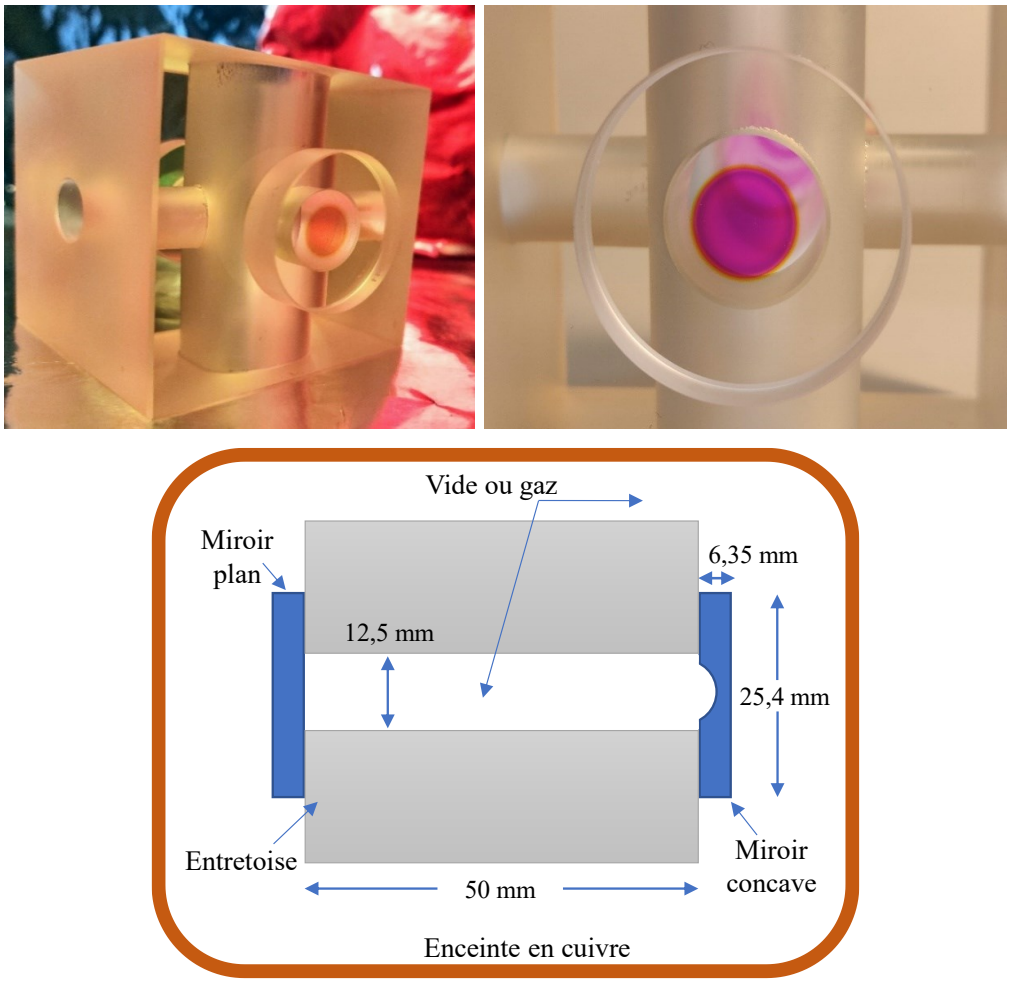


**Figure 2.5.** Photos et structure du réfractomètre Fabry-Perot à simple cavité développé au LNE-Cnam.

Le substrat constitue la partie la plus épaisse du miroir et joue un rôle essentiel dans sa rigidité et sa résistance aux déformations thermiques et mécaniques. Le revêtement diélectrique est une structure dans laquelle alternent deux matériaux différents, à savoir l'oxyde de tantale $Ta_2O_5$ d'indice $n_H$ et le dioxyde de silicium $SiO_2$ d'indice $n_L$, inférieur à $n_H$. La structure périodique ainsi créée permet d'atteindre des coefficients de réflexion très élevées. Par exemple, les miroirs à 25 couches utilisés ici ont un coefficient de réflexion de $(99{,}97 \pm 0{,}01)$ % à la longueur d'onde de 532 nm.

Le choix du matériau Zerodur® pour l'entretoise du réfractomètre est justifié par sa résistance aux variations de température et de pression. En effet, selon les spécifications du fabricant Schott, cette vitrocéramique présente un coefficient de dilatation thermique de $1{,}6 \times 10^{-8}/°C$ et de déformation mécanique de $6 \times 10^{-12}/Pa$. De plus, ce matériau est beaucoup moins sensible que le verre ULE ou la silice à la perméation de gaz comme l'hélium [4], à l'origine de potentielles déformations géométriques, ce qui permet d'envisager son utilisation aussi bien sous pression d'azote que d'hélium.

### 2.2.1. Expression de la réfractivité d'un gaz dans un réfractomètre à simple cavité

Un interféromètre de type FP permet de déterminer la réfractivité d'un gaz à partir de ses fréquences de résonnance optiques, la longueur du trajet optique du faisceau laser dans le gaz étant connue. En pratique, cette longueur dépend d'un certain nombre de paramètres intrinsèques du système optique, liés notamment aux miroirs et aux déformations physiques que la cavité peut subir.

Le choix de miroirs DBR, à fort coefficient de réflexion, permet de maximiser la finesse du réfractomètre, et donc sa résolution sur des mesures de pression. Cependant, la pénétration du faisceau laser dans le réseau de Bragg qui permet d'optimiser sa réflexion est aussi à l'origine d'une longueur additionnelle dans le trajet total parcouru par celui-ci (Figure 2.6).

Ainsi, la longueur effective du réfractomètre $L_{FP}$ correspond à la somme de la longueur physique de l'entretoise, $L_0$, (distance entre les deux premières couches des miroirs sous vide) et de la profondeur de pénétration du faisceau dans le miroir de chaque côté, $L_\tau$ (de l'ordre de quelques dixièmes de µm [67]) :

$$L_{FP} = L_0 + 2L_\tau \cdot \tag{2.8}$$

La profondeur de pénétration $L_\tau$ dépend de l'angle d'incidence de la lumière, de la longueur d'onde utilisée et de la nature des couches formant le miroir, surtout la première en contact avec le gaz. Ainsi, les miroirs dont la couche extérieure a un indice $n_L$ (miroirs de type–L) doivent être évités pour cette application car ils donnent lieu à des profondeurs de pénétration plus importantes que les miroirs de type–H (couche extérieure avec un indice élevé $n_H > n_L$) [68].

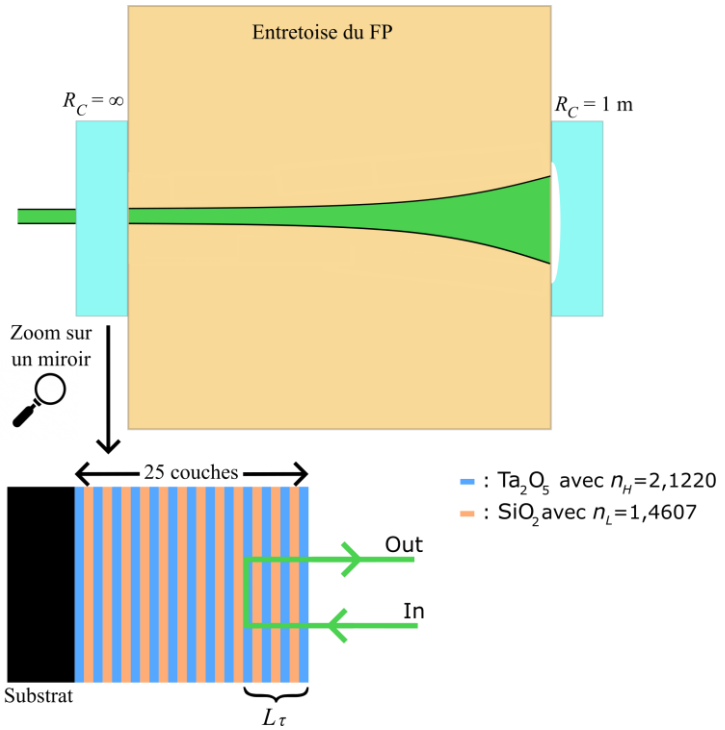


**Figure 2.6.** Réflexion d'un faisceau laser dans une cavité optique plan-concave : profondeur de pénétration ($L\tau$) et rayons de courbure ($R_C$) des miroirs.

La résonnance d'une cavité Fabry-Perot à deux miroirs DBR se produit lorsque le déphasage des faisceaux lumineux allers-retours entre ces miroirs est un multiple de 2π, ce qui entraîne une interférence constructive. Dans cette configuration, l'expression décrivant la résonnance du mode $m$ de la cavité peut s'exprimer comme suit [7,62,67,69–72] :

$$\frac{4\pi L_0}{\lambda} + 2\phi_R(\nu) = 2\pi m, \tag{2.9}$$

où, le terme de diffraction induit par la phase de Gouy, qui représente le déphasage entre un faisceau gaussien et une onde plane de même fréquence optique [73], ayant une contribution d'environ 0,3 ppm sur la réfractivité, n'est pas pris en compte. Cependant, cette expression prend en considération les déphasages $\phi_R(\nu)$ au niveau des miroirs diélectriques, étant donné que la réflexion se produit à l'intérieur de l'empilement des miroirs, avec l'hypothèse que les déphasages induit par chaque miroir sont égaux [69].

Le déphasage à la réflexion $\phi_R$ est donné par

$$\phi_R(\nu) = \Phi_0 + \alpha_M(\nu - \nu_c), \tag{2.10}$$

où $\alpha_M$ représente la réponse en phase du miroir, et $\Phi_0$ désigne le déphasage à la fréquence de conception des miroirs $\nu_c$. Ce dernier terme peut être égal à $\pi$ ou à 0, en fonction de la première couche du miroir en

contact avec le faisceau incident : une couche à indice élevé $n_H$ ou faible $n_L$, respectivement. Dans notre situation, les miroirs sont de type-H, et par conséquent, le terme $\Phi_0$ prend la valeur de $\pi$.

A mesure que la fréquence du laser $\nu$ s'écarte de la fréquence de conception des miroirs $\nu_c$, la déviation de $\phi_R(\nu)$ par rapport à $\Phi_0$ dépend de l'indice de réfraction du gaz $n$ entre les miroirs. Cette dépendance est prise en compte en utilisant l'expression $\alpha_g = n\alpha_M$ pour les miroirs de type-H, tandis que l'équation $\alpha_g = (2-n)\alpha_M$ est employée pour les miroirs de type-L.

A partir de l'équation (2.9), la fréquence du laser $\nu_0$, asservi sur une résonnance $m_0$ de la cavité Fabry-Perot, maintenue sous vide, est donnée par :

$$\nu_0 = \frac{c_0}{2L_0 + \frac{\alpha_M c}{\pi}}\left[m_0 - \frac{\Phi_0 - \alpha_M \nu_c}{\pi}\right], \tag{2.11}$$

où $m_0$ est le nombre entier de longueurs d'onde dans la cavité.

En injectant du gaz dans le FP, la fréquence de résonnance $\nu_g$, en ignorant la déformation physique de la cavité $\delta L$, peut être exprimée de la manière suivante :

$$\nu_g = \frac{c_0}{2nL_0 + \frac{\alpha_g c}{\pi}}\left[m_0 + \Delta m - \frac{\phi_0 - \alpha_g \nu_c}{\pi}\right], \tag{2.12}$$

où $\Delta m$ est le nombre de résonnance entre le vide et le gaz.

En soustrayant l'équation (2.12) de l'équation (2.11), il vient l'expression suivante pour la réfractivité du gaz

$$n - 1 = (1+\epsilon_a)\frac{\nu_0 - \nu_g + \Delta m \frac{c}{2L_0(1+\epsilon_a)}}{\nu_g}, \tag{2.13}$$

dans laquelle le paramètre $\epsilon_a = \frac{\alpha_M c}{2\pi L_0}$ prend en compte la dispersion linéaire du changement de phase lors de la réflexion du miroir en fonction de la fréquence du laser. On le désigne comme la profondeur de pénétration relative, car il établit la relation entre la profondeur de pénétration du faisceau dans les miroirs, $L_\tau$, et la longueur effective du réfractomètre, $L_{FP}$, comme suit [69] :

$$\epsilon_a = \frac{2L_\tau}{L_{FP}}. \tag{2.14}$$

La section 3.4.5 détaille les moyens employés pour déterminer la valeur de $\epsilon_a$. En l'occurrence, elle est d'abord calculée en utilisant les données du constructeur (notamment les indices des couches minces utilisées pour la fabrication des miroirs) puis affinée par la mesure de la fréquence optique du laser asservie sur un mode de la cavité, et du nombre de mode de la cavité sous vide $m_0$ [41].

**L'expression finale de la réfractivité d'un gaz dans un réfractomètre Fabry-Perot à simple cavité**, qui prend en compte la profondeur de pénétration relative $\epsilon_a$, ainsi que la déformation physique du réfractomètre $\delta L$ due au vieillissement de la cavité et aux variations de température et de pression du gaz, peut être exprimée sous la forme

$$n - 1 = (1 + \epsilon_a)\,\frac{\nu_0 - \nu_g + \Delta m \cdot \Delta\nu_{ISL}}{\nu_g} + n\,(-\alpha \cdot \Delta T + \beta \cdot \Delta P + \gamma \cdot \Delta t) \cdot \qquad (2.15)$$

En complément, l'Annexe A fourni les détails sur l'obtention de cette expression, ainsi que sa comparaison avec les équations des FP développés par les autres LNM.

L'expression (2.15) de la réfractivité d'un gaz pur se compose d'un premier terme principalement associé aux mesures de fréquence du laser asservi sur la cavité FP, et d'un terme correctif, lié aux déformations physiques du réfractomètre.

Dans cette expression, les paramètres suivants doivent être déterminés en temps réel durant la mesure de pression :

- les fréquences optiques $\nu_0$ et $\nu_g$ du laser, asservi sur la cavité FP respectivement sous vide (état de référence) et sous gaz (état de mesure) ;
- le nombre de modes $\Delta m$ qui passe entre le vide et le gaz (déterminé par une mesure approximative de la pression du gaz) ;
- la différence de température $\Delta T$, de pression $\Delta P$ et le temps écoulé $\Delta t$ entre les deux états.

Les paramètres intrinsèques de la cavité suivants sont à déterminer en amont de la mesure :

- le coefficient de dilatation thermique $\alpha$ ;
- le coefficient de déformation mécanique $\beta$ ;
- la dérive à long terme du réfractomètre $\gamma$ ;
- l'Intervalle Spectral Libre $\Delta\nu_{ISL}$ ;
- la profondeur de pénétration relative $\epsilon_a$.

Dans l'expression (2.15), contrairement au signe négatif de $\alpha$, qui provient de la dilatation du réfractomètre avec l'augmentation de la température, les signes positifs de $\gamma$ et $\beta$, sont liés au fait que le FP a tendance à rétrécir avec le temps et avec l'augmentation de la pression.

### 2.2.2. Paramètres intrinsèques du réfractomètre

La mesure de la réfractivité d'un gaz avec une faible incertitude, en utilisant un réfractomètre Fabry-Perot à simple cavité, nécessite de caractériser avec une grande exactitude ses paramètres

intrinsèques afin de corriger efficacement les erreurs liées aux déformations physiques subies par la cavité. Cette section se concentre donc sur l'analyse théorique de ces paramètres clés, à savoir la dérive à long terme du réfractomètre (le vieillissement de la cavité), le coefficient de dilatation thermique, le coefficient de déformation mécanique et l'intervalle spectral libre. Les techniques de mesure utilisées pour déterminer ces paramètres, ainsi que les résultats obtenus sont détaillés au chapitre 3.

#### 2.2.2.1. Dérive à long terme du réfractomètre

La dérive à long terme du réfractomètre $\gamma$, également connue sous le nom du vieillissement temporel de la cavité, est le résultat de l'évolution progressive des propriétés structurelles des matériaux constituant le Fabry-Perot [74].

Pour évaluer ce paramètre, la fréquence du laser est mesurée de manière intermittente sur plusieurs mois en l'asservissant sur le même mode de résonnance $m_0$ du réfractomètre, lequel est maintenu sous vide et à température constante. La dérive dans le temps de cette fréquence $\partial\nu/_{\partial t}$ permet ainsi de caractériser l'évolution de la longueur du réfractomètre au fil du temps $\partial l/_{\partial t}$ comme suit

$$\gamma = \frac{1}{L_0} \cdot \frac{\partial l}{\partial t} = -\frac{1}{\nu_0} \cdot \frac{\partial \nu}{\partial t} \cdot \tag{2.16}$$

Cette dérive à long terme dépend des matériaux composant la cavité FP et de la méthode d'assemblage des miroirs sur l'entretoise, qu'il s'agisse de collage, d'adhérence optique ou de pressage par un système mécanique. Les défauts ou les imperfections présents dans ces éléments peuvent entraîner une accélération de cette dérive.

Pour minimiser son effet, il est courant de concevoir le dispositif en utilisant des matériaux de haute qualité avec de faibles coefficients de dérive à long terme et de maintenir une rugosité de surface minimale pour optimiser le collage des miroirs sur l'entretoise pendant le processus d'adhérence [75]. De plus, le capteur doit être placé dans un environnement stable, notamment en termes de température et d'humidité.

Parmi les matériaux fréquemment utilisés, on peut citer le Zerodur®, l'ULE, le Clearceram-Z ou encore l'Invar. Cependant, un certain degré de dérive est inévitable, d'où l'importance d'étalonner périodiquement le capteur optique pour garantir des mesures fiables dans le temps.

Par exemple, le NMIJ donne un taux de vieillissement de -12,7 pm/jour (120,7 kHz/jour) pour une cavité de 50 mm de longueur en Clearceram®-Z, sur laquelle deux miroirs en silice sont adhérés optiquement [18,62]. Cette valeur a été obtenue en mesurant la fréquence de résonnance du FP sur une période d'un mois. La linéarité du taux de vieillissement en fonction du temps a été également confirmée

de cette façon. La mesure de ce coefficient pour la cavité FP du LNE-Cnam est détaillée dans la partie 3.4.1.

#### 2.2.2.2. Coefficient de dilatation thermique linéaire

Le coefficient de dilatation thermique linéaire $\alpha$ d'un matériau correspond à sa variation relative de longueur $\partial l / L_0$ par unité de température $\partial T$ [19] :

$$\alpha = \frac{1}{L_0} \cdot \frac{\partial l}{\partial T} \cdot \tag{2.17}$$

Le coefficient de dilatation thermique global du réfractomètre (CTE) doit être connu afin d'évaluer ses déformations potentielles en fonction de sa température. La cavité FP est constituée de deux miroirs en silice adhérés optiquement sur une entretoise en Zerodur® de longueur $L_0$, dont la stabilité est cruciale pour garantir des mesures avec de faibles incertitudes de la réfractivité du gaz. En effet, les variations relatives de longueur physique de la cavité $\partial l / L_0$ sont proportionnelles aux variations relatives de fréquence du laser $\partial \nu / \nu_0$ de tel sorte que $\frac{\partial \nu}{\nu_0} = -\frac{\partial l}{L_0}$ [76]. Ainsi, l'équation (2.17) devient

$$\alpha = -\frac{1}{\nu_0} \cdot \frac{\partial \nu}{\partial T} \cdot \tag{2.18}$$

Par conséquent, le CTE peut être déterminé en mesurant la fréquence du laser asservi sur une résonnance de la cavité Fabry-Perot, maintenue sous vide, lors des variations de température du réfractomètre.

La sélection d'un matériau présentant un faible coefficient de dilatation thermique permet de minimiser la déformation mécanique de la cavité FP. A titre d'exemple, dans le cas d'une cavité cubique de 50 mm d'arête, une variation de longueur de 1 pm engendre un écart sur la mesure de pression de 7 mPa dans de l'azote [77]. Dans cette perspective, le Zerodur® de classe 0, possédant un CTE inférieur à celui d'autres matériaux comme l'Invar ou l'ULE, s'impose comme le meilleur choix pour la fabrication de l'entretoise du refractomètre.

Cependant, des variations de température de quelques millikelvins sont inévitables et malgré l'utilisation d'un matériau à faible CTE, il reste essentiel de maintenir la température de l'environnement entourant la cavité à une stabilité sub-mK.

Par ailleurs, étant donné la difficulté d'obtenir des miroirs en Zerodur® dans un délai raisonnable auprès des fournisseurs, ce sont des miroirs en silice qui ont été choisis pour le réfractomètre du LNE-Cnam, avec pour conséquence d'augmenter le coefficient de dilatation thermique de l'ensemble silice-Zerodur®.

Le coefficient de dilatation thermique effectif $\alpha_{\text{eff}}$ d'une cavité FP de longueur effective $L_{FP}$ et constituée de deux matériaux distincts peut s'écrire sous la forme suivante [78] :

$$\alpha_{\text{eff}}(T) = \alpha_Z(T) + 2\,\delta\frac{R_a}{L_{FP}}[\alpha_s(T) - \alpha_Z(T)], \tag{2.19}$$

$\alpha_s$ et $\alpha_Z$ sont les CTE respectifs de la silice et du Zerodur® et $\delta$ est un coefficient de couplage qui dépend que de la géométrie et des dimensions de l'entretoise et des miroirs (rayon $R_a$, adhérés optiquement).

Dans le cas du FP développé au LNE-Cnam, les données fournies par le fabriquant concernant les CTE des matériaux composant la cavité sont : $\alpha_Z = 1{,}6 \times 10^{-8}\ \mathrm{K}^{-1}$ pour le Zerodur® et $\alpha_s = 5 \times 10^{-7}\ \mathrm{K}^{-1}$ pour la silice.

En supposant, d'une part, que le contact optique est suffisamment rigide pour que les matériaux restent solidaires lors de variations de température et, d'autre part, que la relation contrainte-déformation est linéaire, le CTE effectif pour un cylindre de 50 mm de longueur est de $1{,}3 \times 10^{-7}\ \mathrm{K}^{-1}$. Ce choix de calcul pour un cylindre découle du fait que le coefficient de couplage $\delta$ n'est pas disponible dans la littérature pour une entretoise ayant une forme cubique.

On remarque que la valeur du coefficient de dilatation thermique effectif calculé est environ huit fois supérieure à celle du Zerodur®. Cette valeur fournit une indication de l'ordre de grandeur attendu pour la mesure du coefficient de dilatation thermique effectif du FP du LNE-Cnam.

#### 2.2.2.3. Coefficient de déformation mécanique

L'incertitude sur la mesure de la pression thermodynamique d'un gaz par interférométrie de type Fabry-Perot est largement influencée par les incertitudes associées au coefficient de déformation mécanique $\beta$ qui exprime la manière dont le réfractomètre Fabry-Perot se déforme mécaniquement sous l'effet de la pression.

Lorsqu'un gaz est injecté dans le réfractomètre, sa densité augmente, entrainant ainsi une augmentation du nombre de molécules et/ou d'atomes présents dans et autour du FP. Par conséquent, la force exercée par ces particules sur la surface du réfractomètre augmente également. Dans le cas spécifique du FP du LNE-Cnam, la surface externe du FP est nettement plus grande que sa surface interne, comme on peut voir Figure 2.7. Par conséquent, la force exercée par les particules sur la surface extérieure du FP est plus importante que celle exercée à l'intérieur, ce qui entraîne un rétrécissement de la cavité FP avec l'augmentation de la pression [79].

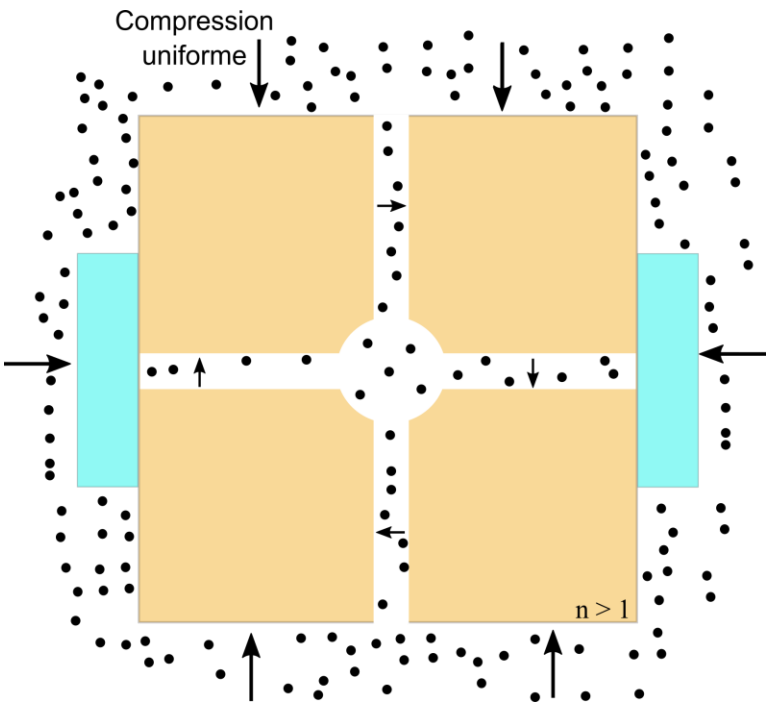


**Figure 2.7.** Déformation du Fabry-Perot induite par la pression du gaz.

La meilleure façon de caractériser ce coefficient de déformation mécanique consiste à mesurer la réfractivité de l'hélium à pression et température connues, puis à ajuster la valeur de ce coefficient jusqu'à ce que la réfractivité mesurée soit égale à la réfractivité calculée. Cette approche n'est possible que pour l'hélium, car tous les coefficients du viriel sont connus avec de très faibles incertitudes pour toutes les longueurs d'onde et températures [33].

Une autre méthode de mesure de ce coefficient de déformation mécanique consiste à mesurer la fréquence du laser asservi sur la résonnance du réfractomètre lorsqu'il est soumis à des paliers de pression. Cette approche est expliquée en détail dans la section 3.4.3.

Pour attribuer une valeur théorique avec son incertitude au coefficient de déformation mécanique, une simulation par éléments finis de la variation de pression sur la cavité Fabry-Perot du LNE-Cnam a été réalisée à l'aide du logiciel Ansys Workbench [16,80,81]. Elle repose sur les données fournies par les fabricants pour chaque matériau, incluant la masse volumique, le module de Young, le coefficient de Poisson ainsi que le coefficient de dilatation thermique. Schott a fourni ces données pour l'entretoise en Zerodur® tandis que Layertec les a fournies pour les miroirs en silice.

Afin de simplifier la modélisation de ce système, les deux miroirs adhérés optiquement sur la cavité ont été considérés comme étant plans. De plus, une hypothèse de symétrie parfaite a été appliquée. La pression est appliquée sur toutes les faces, à l'exception de la surface d'adhérence entre les miroirs et l'entretoise, ainsi que sur les parties liées aux plans de symétrie. Les résultats de la simulation sont présentés Figure 2.8.

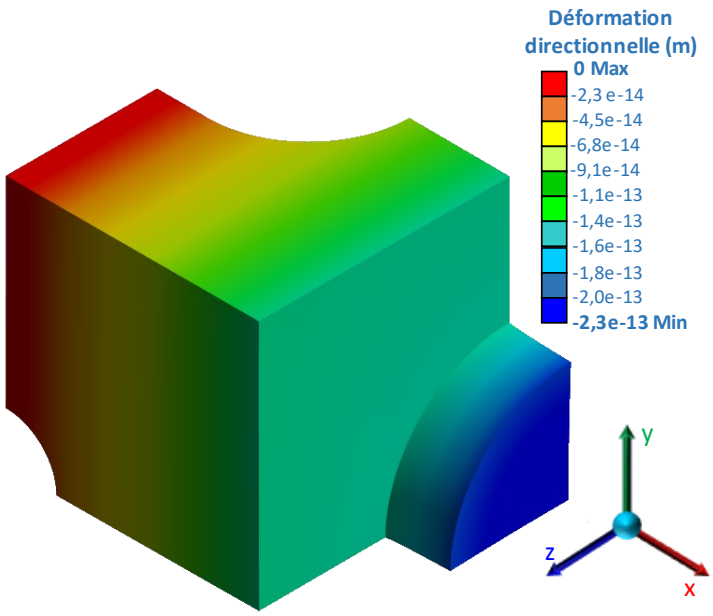


**Figure 2.8.** Simulation par éléments finis de la déformation mécanique le long de l'axe *x* en réponse à une variation de pression de 1 Pa – Vue 3D d'un huitième de cavité.

La simulation indique une variation de $-0{,}168$ pm sur la longueur mécanique du réfractomètre au centre de la surface réfléchissante du miroir, en réponse à une variation de pression de 1 Pa. Par conséquent, la valeur du coefficient de déformation mécanique vaut :

$$\beta_{sim} = -\,6{,}72(30) \times 10^{-12}\ \mathrm{Pa}^{-1}\ (k = 2)\,\cdot$$

L'incertitude associée à ce paramètre est dominée par l'incertitude relative estimée à 1 % sur le coefficient de Poisson et le module d'Young du Zerodur®, tandis que l'incertitude liée à la simulation, incluant des aspects tels que le taille de maillage, est négligeable. Cette simulation permet d'obtenir un ordre de grandeur du comportement mécanique du réfractomètre, ce qui est essentiel avant de le caractériser expérimentalement. Ce résultat est comparé à la mesure du paramètre de déformation mécanique de notre cavité au chapitre 3.

#### 2.2.2.4. Intervalle spectral libre

Le réfractomètre FP présente un spectre de transmission caractérisé par une série de pics correspondant aux modes de résonnance $m_i$ où l'interférence constructive se produit. Ces pics sont espacés par un intervalle de fréquence égale, appelée Intervalle Spectral Libre ($\Delta\nu_{ISL}$), qui correspond à la différence de fréquence entre deux pics successifs de transmission dans le spectre de sortie du dispositif, comme illustré Figure 2.9.

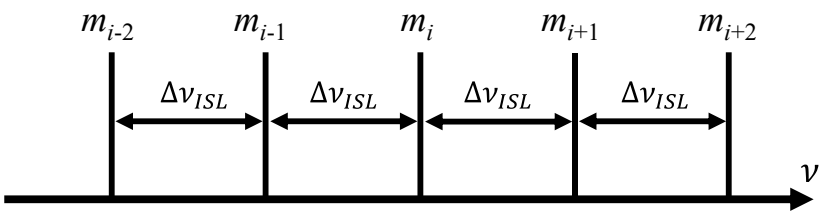


**Figure 2.9.** Représentation des résonnances dans le spectre de sortie du Fabry-Perot.

L'ISL est exprimée comme suit

$$\Delta\nu_{ISL} = \frac{c}{2 \cdot n \cdot L_0(T)}. \tag{2.20}$$

En maintenant la cavité sous vide (n ≈ 1), les variations de sa longueur physique (mécanique) $L_0(T)$ sur un court intervalle de temps dépendent uniquement des fluctuations de température. Pour un Fabry-Perot de 50 mm de longueur, la valeur théorique de l'ISL est d'environ 3 GHz.

Dans la pratique, pour mesurer l'intervalle spectral libre d'un réfractomètre FP à simple cavité, deux lasers distincts sont asservis sur deux pics de résonnances successives de cette même cavité, comme illustrée Figure 2.10.

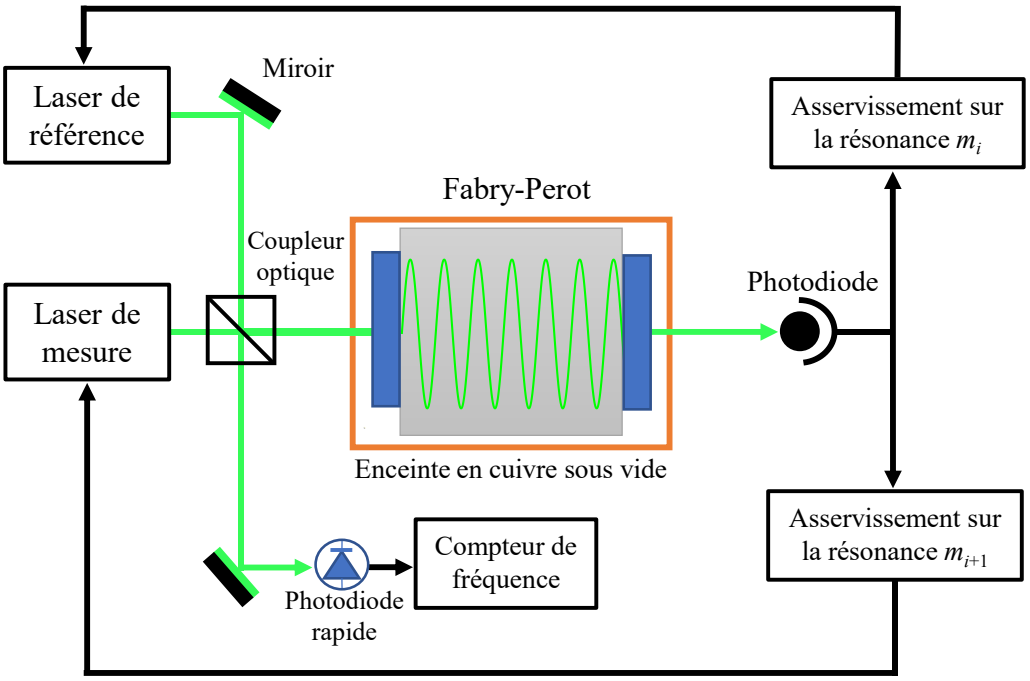


**Figure 2.10.** Montage optique permettant la mesure de l'intervalle spectral libre.

Lorsque les deux faisceaux lasers sont asservis en fréquence sur deux pics de résonnance successives de la même cavité FP, les faisceaux en sortie des deux sources lasers sont transmis à une photodiode rapide, en utilisant un coupleur optique fibré, pour la mesure du battement en fréquence. En

effet, cette méthode de mesure de battement en fréquence est très précise car elle permet de mesurer les variations de fréquence en temps réel, avec une résolution de l'ordre de quelques dizaines de hertz.

Il est important de noter que l'enceinte en cuivre qui entoure le réfractomètre doit être maintenue sous vide pour assurer des mesures avec de très faibles incertitudes. De plus, il est essentiel de maintenir une température stables (sub-mK) pour éviter les fluctuations thermiques qui pourraient affecter les résultats de mesure.

## 2.3. Réfractomètres développés dans les laboratoires nationaux de métrologie

La réalisation thermodynamique du pascal par voie optique présente un avantage considérable, étant donné que sa traçabilité est assurée par les propriétés fondamentales des gaz. De plus, la haute résolution des mesures de fréquence optique permet de mesurer des variations de pression inférieures à 1 mPa [19]. Par conséquent, plusieurs laboratoires ont entamé le développement des étalons de pression par voie optique [3,9,14,16,17,79,82–84]. Parmi ces LNM, certains favorisent des réfractomètres de type Fabry-Perot à cavité unique, tandis que d'autres optent pour une configuration à double cavité. La principale différence réside dans l'utilisation d'une référence de fréquence optique. Si une référence externe à la longueur d'onde de travail est disponible, une simple cavité suffit. Dans le cas contraire, une double cavité est nécessaire, avec une cellule remplie de gaz et l'autre cellule mise sous vide, servant de référence de fréquence optique. Dans cette dernière configuration, la dilatation thermique ainsi que la dérive à long terme du FP ne constituent plus une limite, étant donné que les deux cellules, montées sur un même bloc, évoluent de manière similaire, permettant de compenser leurs effets respectifs.

Les avancées les plus intéressantes dans le domaine de la mesure de pression thermodynamique par interférométrie optique sont le fruit des études, des recherches et des développements menés par six LNM distincts : le NMIJ, le NIM, le NIST, le RISE en collaboration avec l'université d'Umeå, la PTB et le LNE-Cnam.

1. **Le laboratoire japonais NMIJ** a conçu un réfractomètre Fabry-Perot à simple cavité, constitué de deux miroirs en silice ayant une réflectance de 99,7 % adhérés optiquement sur une entretoise en Clearceram®-Z [18,79].

Le NMIJ utilise des diodes laser à cavité étendue (ECDL) à 632,99 nm. Afin de détecter la différence entre la fréquence du laser et la fréquence de résonnance du FP [79], les chercheurs ont eu recours à la technique Pound-Drever-Hall (PDH) [85]. La caractéristique principale du système optique utilisé dans ce cas est sa gamme de mesure continue : l'ECDL peut être asservi en fréquence sur une gamme

supérieure à 120 GHz, permettant ainsi de détecter des variations de $\pm$ 9 kPa en continu, sans nécessiter de modification de l'ordre de résonnance *m* [79].

Le laboratoire a validé les performances du réfractomètre en effectuant des comparaisons avec un Resonant Silicon Gauge (RSG) entre 40 kPa et 80 kPa, une balance de pression à 100 kPa avec une fluctuation d'au moins 30 mPa [18], ainsi qu'une Sapphire Capacitance Diaphragm Gauge (SCDG) entre 10 Pa à 2 kPa. Actuellement, l'incertitude élargie associée au FP, dans la gamme de pression allant de 1 Pa à 100 kPa, est de $[(100\ \mathrm{mPa})^2 + (20 \times 10^{-6} \cdot p)^2]^{1/2}$ $(k = 2)$.

2. **Le laboratoire chinois NIM** a développé un réfractomètre, nommé Optical Pressure Standard (OPS), pour la mesure de pression de l'azote pour une longueur d'onde de 633 nm. L'OPS est constitué d'une double cavité FP en ULE, d'une enceinte en cuivre abritant le FP, d'un système de contrôle de la température et d'un système optique [19].

Des mesures comparatives directes avec une balance de pression primaire ont été réalisées, révélant des écarts inférieurs à 20 ppm ($k = 2$) dans la gamme de pression allant de 20 kPa à 100 kPa. L'incertitude élargie de l'OPS à $k = 2$ a été évaluée à $[(130\ \mathrm{mPa})^2 + (23 \times 10^{-6} \cdot p)^2]^{1/2}$.

3. **Le laboratoire américain NIST** possède la plus longue expérience dans le domaine de la mesure de pression thermodynamique en utilisant un réfractomètre à double cavité, nommé FLOC [7,8,12]. Ce dispositif est entièrement fabriqué en verre ULE, où deux paires de miroirs sont collées au silicate sur une entretoise, mesurant 150 mm de longueur et ayant une section carrée de 50 mm. Cette entretoise comporte également une fente de 7,6 mm s'étendant le long de sa partie supérieure, ainsi qu'un trou traversant de 6,4 mm au niveau de sa partie inférieure. Une paire de miroirs plans et concaves est collée à chaque extrémité de la fente et du trou de passage, formant les cavités de « mesure » et de « référence », respectivement. Les miroirs sont revêtus par pulvérisation ionique et la finesse de la cavité est de 980 [12]. L'utilisation d'une double cavité permet d'éliminer les dérives en mode commun dans l'entretoise de la cavité causées par le vieillissement, les dérives liées à la température, les contraintes mécaniques, etc.

La cavité de référence est maintenue en permanence sous vide, fournissant ainsi une longueur de référence fixe. La cavité de mesure est remplie de gaz après avoir été mise dans l'état de référence (sous vide), et sa longueur optique change en raison de la variation de la réfractivité. La mesure de cette variation est réalisée en mesurant la fréquence d'un laser He-Ne asservi sur la résonnance $TEM_{00}$ de chaque cavité. La différence entre ces longueurs optiques (mesure et référence) est une mesure de la réfractivité du gaz qui est proportionnelle à la mesure de sa pression thermodynamique grâce à l'équation de Lorentz-Lorenz et à la loi des gaz parfaits [12].

Le NIST utilise la valeur de la polarisabilité molaire $A_R$ de l'azote à 633 nm ayant les incertitudes les plus faibles à ce jour (7,3 ppm à $k = 2$). Suite à sa validation avec un manomètre à ultrasons, le

réfractomètre présente une incertitude de $[(2{,}0\ \mathrm{mPa})^2 + (8{,}8 \times 10^{-6} \cdot p)^2]^{1/2}$ $(k = 2)$ dans la gamme de pression de 100 Pa – 180 kPa. FLOC présente également une reproductibilité de $10^{-6} \cdot p$ pour des pressions supérieures à 100 Pa, avec une exactitude surpassant celle des manomètres standards [8].

4. **Le laboratoire suédois RISE en collaboration avec l'Université d'Umeå** a choisi la technique de la réfractométrie à modulation de gaz (GAMOR GAs MOdulation Refractometry) en utilisant une double cavité [9,14,15,77,83,86].

Le GAMOR repose sur des mesures répétées effectuées sur une échelle de temps relativement courte, généralement à l'aide de cycles de remplissage et d'évacuation de gaz d'environ 100 s. Cette approche est ensuite associée à une procédure d'interpolation, dans laquelle la réponse de la cavité de mesure mise sous vide est considérée comme une valeur intermédiaire obtenue par l'interpolation de deux mesures similaires, l'une prise juste avant et l'autre directement après la mesure de la cavité de mesure remplie de gaz. De cette manière, les influences de la dérive à long terme et des différents types de fluctuations peuvent être considérablement atténuées [14,87,88]. En outre, les influences des fuites et du dégazage dans la cavité de référence peuvent être automatiquement corrigées [77].

Cette méthode, qui requiert une mécanique adaptée, permet également d'éliminer l'effet de l'ilot de chaleur en introduisant le gaz directement dans le réfractomètre métallique en Invar, plutôt que dans une enceinte qui l'entoure. Cette configuration permet au gaz de se thermaliser plus rapidement que la période de modulation de la pression. Cette procédure permet également de résoudre plusieurs problèmes inhérents aux configurations classiques. Que ce soit pour les simples cavités, où il élimine les fluctuations liés au vieillissement et aux déformations physiques du réfractomètre, ou pour les doubles cavités, où les deux cellules peuvent évoluer de manière différente [77].

Dans leur travail, deux réfractomètres indépendants, Stationary Optical Pascal (SOP) et Transportable Optical Pascal (TOP), basés sur la méthode GAMOR, ont été développés et caractérisés individuellement, puis comparés l'un à l'autre et enfin comparés à une balance de pression de référence. Le SOP, dans sa version stationnaire est la plus avancée des deux, utilise une cellule miniature au gallium à point fixe pour mesurer la température. Le TOP, qui est la version transportable, repose sur des sondes de type Pt-100 étalonnés. L'incertitude élargie à $k = 2$, pour des pressions inférieures à 100 kPa, pour le SOP est de $[(10\ \mathrm{mPa})^2 + (10 \times 10^{-6} \cdot p)^2]^{1/2}$, tandis que celle pour le TOP est de $[(16\ \mathrm{mPa})^2 + (28 \times 10^{-6} \cdot p)^2]^{1/2}$ [9]. L'incertitude du SOP est principalement limitée par l'incertitude de la polarisabilité molaire de l'azote (8 ppm), alors que celle du TOP est dominée par l'évaluation de la température (26 ppm).

5. **Le laboratoire allemand PTB** s'est lancée dans le développement d'un réfractomètre dédié à la mesure de pression. Cependant, à ce jour, aucune publication n'a été réalisée concernant l'état d'avancement du projet ou les incertitudes associées au dispositif.

Les types de FP développés par les LNM, sont récapitulés dans le Tableau 2.1 avec les incertitudes associées et l'étendue de mesure de pression pour chaque dispositif, à l'exception du réfractomètre du LNE-Cnam, qui fait l'objet d'une étude détaillé au chapitre 3.

| **Laboratoire** | **Type de réfractomètre** | **Incertitude associée ($k$ = 2)** | **Etendue** |
|---|---|---|---|
| **NMIJ** | Simple cavité | $[(100\ \mathrm{mPa})^2 + (20 \times 10^{-6} \cdot p)^2]^{1/2}$ | 1 Pa – 100 kPa |
| **NIM** | Double cavité | $[(130\ \mathrm{mPa})^2 + (23 \times 10^{-6} \cdot p)^2]^{1/2}$ | 20 kPa – 100 kPa |
| **NIST** | Double cavité | $[(2{,}0\ \mathrm{mPa})^2 + (8{,}8 \times 10^{-6} \cdot p)^2]^{1/2}$ | 100 Pa – 180 kPa |
| **RISE et Umeå** | Double cavité (GAMOR) | $[(10\ \mathrm{mPa})^2 + (10 \times 10^{-6} \cdot p)^2]^{1/2}$ pour le SOP<br>$[(16\ \mathrm{mPa})^2 + (28 \times 10^{-6} \cdot p)^2]^{1/2}$ pour le TOP | 1 Pa – 100 kPa<br>1 Pa – 100 kPa |

**Tableau 2.1.** Récapitulatif des incertitudes des réfractomètres développés par les laboratoires nationaux de métrologie autres que le LNE-Cnam.

La Figure 2.11 présente un résumé des incertitudes relatives élargies ($k = 2$) associées aux réfractomètres développés par les différents LNM dans les gammes de pression d'intérêt, spécifiées dans le Tableau 2.1.

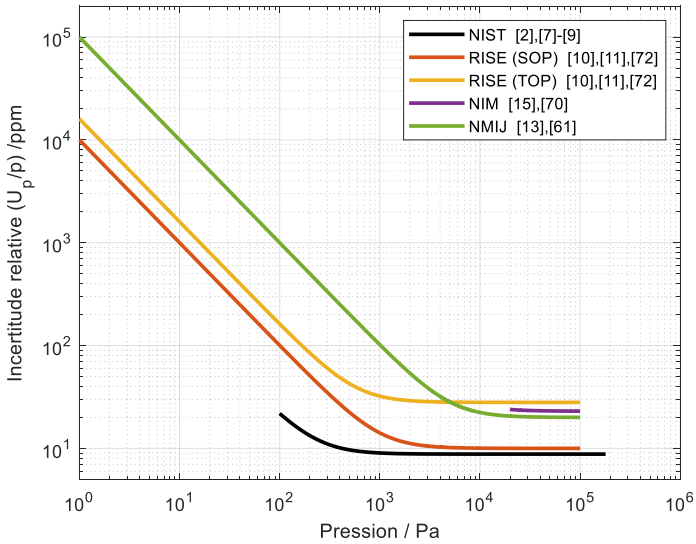


**Figure 2.11.** Incertitudes relatives sur la mesure de pression thermodynamique des différents LNM.

Les avantages des deux types de cavités (simple ou double) ne justifient pas un choix en faveur de l'un ou de l'autre, d'autant plus que leurs inconvénients et limitations peuvent être corrigés et limités. La principale différence réside dans la nécessité d'avoir une référence de fréquence externe pour les réfractomètres à simple cavité, ce qui ne pose pas de véritable problème étant donné l'existence de cette référence optique pour plusieurs longueurs d'onde, notamment à 532 nm, comme c'est le cas au LNE-Cnam. C'est la raison pour laquelle nous avons opté pour un réfractomètre Fabry-Perot à cavité simple.

# Troisième partie :
# Mesure de pression par voie optique : réalisation expérimentale au LNE-Cnam

Sommaire


**3. Mesure de pression par voie optique : réalisation expérimentale au LNE-Cnam** ..... 63

**3.1. Dispositif expérimental mis en œuvre et méthodes optiques associées** ..... **64**

3.1.1. Adaptation du faisceau gaussien à la cavité Fabry-Perot ..... 65

3.1.2. Méthode d'asservissement ..... 68

**3.2. Système de contrôle et de mesure de température** ..... **69**

3.2.1. Régulation de température ..... 69

3.2.2. Résultats de mesure de la température du réfractomètre ..... 72

**3.3. Stabilisation de la pression du gaz** ..... **73**

**3.4. Caractérisation du réfractomètre** ..... **75**

3.4.1. Mesure de la dérive à long terme du réfractomètre ..... 76

3.4.2. Mesure du coefficient de dilatation thermique ..... 77

3.4.3. Mesure du coefficient de déformation mécanique ..... 79

3.4.4. Mesure de l'intervalle spectral libre ..... 82

3.4.5. Mesure de la profondeur de pénétration relative ..... 84

**3.5. Bilan d'incertitudes** ..... **85**

# 3. Mesure de pression par voie optique : réalisation expérimentale au LNE-Cnam

Le chapitre précédent ayant permis d'exposer les grands principes de fonctionnement d'un réfractomètre de type Fabry-Pérot à simple cavité, le présent chapitre a pour objectif de présenter en détail chaque élément du réfractomètre mis en œuvre ici. Les enjeux liés à chaque item (notamment en termes d'incertitudes) y sont détaillés et les choix techniques effectués justifiés au regard des contraintes et objectifs du projet QuantumPascal dans lequel s'insère ce travail.

En particulier, la mesure de pression thermodynamique d'un gaz pur par voie optique en utilisant un réfractomètre Fabry-Perot nécessite un environnement homogène et stable en température et en pression. À chaque fluctuation de ces paramètres environnementaux, s'ajoute à la variation de l'indice de réfraction, directement proportionnelle à ces modifications, une déformation mécanique de la cavité Fabry-Perot. Cette déformation se traduit par une modification de la longueur optique du faisceau laser entre les deux miroirs de la cavité, induisant ainsi un décalage sur la mesure de fréquence du laser asservi sur la cavité.

Afin de corriger les erreurs induites par ces déformations sur la mesure de pression, les paramètres intrinsèques de la cavité Fabry-Perot sont mesurés avec de faibles incertitudes. Ainsi, à chaque fluctuation de l'environnement dans lequel le réfractomètre est placé, une correction est appliquée pour compenser la déformation physique du réfractomètre.

La première partie de ce chapitre (§ 3.1) propose une description générale du dispositif expérimental du LNE-Cnam, y compris le montage optique permettant l'adaptation du faisceau gaussien au mode fondamental de la cavité plan-concave, ainsi que le montage électronique qui assure l'asservissement en fréquence du laser sur la résonnance du réfractomètre.

Les sections 3.2 et 3.3 détaillent les méthodes de régulation et de mesure de la température et de la pression atteignant des niveaux de stabilité inférieurs au millikelvin et au millipascal respectivement, permettant à la fois une meilleure caractérisation des paramètres intrinsèques du réfractomètre et l'amélioration de la précision de mesure de pression thermodynamique d'un gaz.

La section qui suit (§ 3.4) a pour objectif de présenter en détail les méthodes de mesure des caractéristiques intrinsèques de la cavité Fabry-Perot avec les valeurs et les incertitudes associées à chaque paramètre. Des améliorations et des solutions visant à surmonter les limitations rencontrées sont

également abordées en vue de réduire les incertitudes de la mesure de la pression thermodynamique, que ce soit autour de la pression atmosphérique ou pour des gammes aussi basses que 1 kPa.

En fin de chapitre (§ 3.5), un bilan d'incertitude final est présenté en prenant en compte les coefficients du viriel ainsi que tous les paramètres intrinsèques à la cavité Fabry-Perot. Cette démarche nous permet d'établir une incertitude finale pour la mesure de pression associée à notre réfractomètre, développé pour couvrir la gamme allant de 100 Pa à 100 kPa. Cette valeur d'incertitude est ensuite comparée aux meilleures mesures de pression obtenues par voie mécanique au sein du LNE-Cnam, ainsi qu'aux incertitudes déclarées par les différents laboratoires nationaux de métrologie pour leur réalisation du pascal par voie optique.

## 3.1. Dispositif expérimental mis en œuvre et méthodes optiques associées

Le réfractomètre de type Fabry-Perot mis en œuvre au LNE-Cnam pour la mesure de pression thermodynamique par voie optique est un dispositif à simple cavité, dont le principe général est décrit dans la section 2.2.

L'ensemble du dispositif expérimental est présenté Figure 3.1, où sont mis en évidence trois bloc majeurs.

- Les éléments **du bloc « Température »** permettent d'isoler le réfractomètre des variations externes de température. Ils comportent un ensemble d'enceintes enfermant le réfractomètre, ainsi que des systèmes de régulation de température. La mesure de température est réalisée avec une sonde à résistance de platine Pt25 étalonnée. Les détails de ce bloc sont présentés dans la section 3.2.
- **Le bloc « Pression »** englobe à la fois le système de pompage du réfractomètre (pompe primaire et turbomoléculaire) pour réaliser un état de référence, ainsi qu'une balance de pression à piston tournant de référence PG7607 permettant de stabiliser la pression d'un gaz à l'intérieur du réfractomètre. Les spécificités de ce bloc sont exposées en détail dans la section 3.3.
- **Le bloc « Fréquence et indice de réfraction »** représente le montage optique, incluant l'adaptation de faisceau gaussien à la cavité FP, ainsi que l'asservissement en fréquence du laser sur un mode de résonnance du réfractomètre. Ces aspects sont approfondis dans la suite de cette section (*cf.* 3.1.1 - 3.1.2).

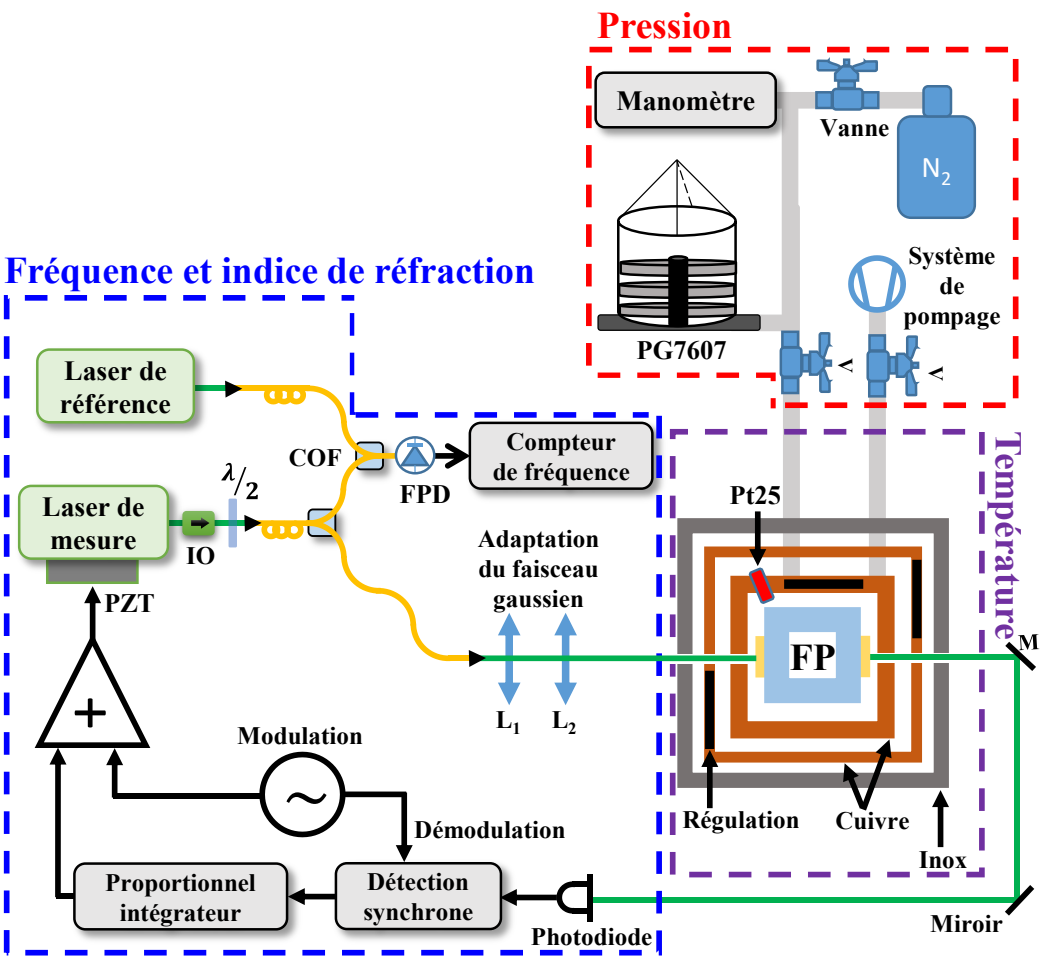


**Figure 3.1.** Dispositif expérimental pour la mesure de pression thermodynamique au LNE-Cnam. Notations – COF : Coupleur optique fibré, PZT : actionneur piézoélectrique, FPD : photodiode rapide, $L_i$ : lentille, IO : isolateur optique et PG7607 : balance de pression de référence.

### 3.1.1. Adaptation du faisceau gaussien à la cavité Fabry-Perot

Le faisceau laser doit être accordé sur le mode fondamental de la cavité, qui présente le meilleur facteur de qualité. Afin de coupler un faisceau laser présentant une distribution d'intensité gaussienne à une telle cavité optique, il est important d'adapter la forme du faisceau à la géométrie du résonateur. Pour y parvenir, la position et la taille du waist[2] $\omega_0$ du faisceau laser incident, doivent être bien connues pour positionner le miroir plan à cette emplacement.

Dans le plan ($x$, $y$), la distribution d'intensité d'un faisceau gaussien se propageant dans la direction $z$ peut être décrite par [66] :

[2] Le point où le diamètre du faisceau atteint son minimum.

$$I(r,z) \sim \left(\frac{\omega_0}{(\omega(z))}\right)^2 e^{-2r^2/\omega^2(z)}, \tag{3.1}$$

où $r$ est la distance par rapport à l'axe optique, donnée par $(x^2 + y^2)^{1/2}$.

En effet, le profil d'irradiance n'est pas constant sur toute la longueur du faisceau, d'où la dépendance en $z$ de $\omega(z)$.

Le faisceau converge et diverge de manière égale des deux côtés du waist du faisceau, selon un angle de divergence. Pour toute position $z$ le long de l'axe optique, la taille du faisceau est donnée par

$$\omega(z) = \omega_0 \sqrt{1 + \frac{z^2}{z_0^2}}, \tag{3.2}$$

où $z_0$ est le longueur de Rayleigh du faisceau gaussien. Cette grandeur, qui correspond à la valeur de $z$ où l'aire de la section transversale du faisceau est doublée, est définie par l'expression

$$z_0 = \frac{\pi\omega_0^2}{\lambda}. \tag{3.3}$$

où $\lambda$ est la longueur d'onde du faisceau laser.

Il est pratique de décrire un faisceau gaussien à une position $z$, le long de l'axe optique, à l'aide de son paramètre complexe, noté $q$, de la manière suivante :

$$\frac{1}{q(z)} = \frac{1}{R_G(z)} + i\frac{\lambda}{\pi\omega^2(z)}, \tag{3.4}$$

où $R_G$ est le rayon de courbure du faisceau, donné par

$$R_G(z) = z + \frac{z_0^2}{z}. \tag{3.5}$$

Le paramètre complexe du faisceau $q$ à une position donnée est une mesure de sa largeur à cette position, représentée par la partie imaginaire, ainsi que de sa courbure, représentée par la partie réelle. Si le paramètre complexe $q$ est connu pour une position $z_1$, il peut être calculé pour toute autre position $z_2$ en utilisant la loi ABCD des faisceaux gaussiens formulée de la manière suivante :

$$q(z_2) = \frac{Aq(z_1) + B}{Cq(z_1) + D}. \tag{3.6}$$

La matrice de transfert de rayon, notée ABCD ou simplement M, est caractérisée par les composantes A, B, C et D permettant d'évaluer la transformation et la trajectoire d'un faisceau laser.

$$M = \begin{pmatrix} A & B \\ C & D \end{pmatrix}. \tag{3.7}$$

Les matrices ABCD les plus couramment utilisées pour décrire des résonateurs optiques sont donnée dans le Tableau 3.1. Ces expressions admettent l'hypothèse d'un milieu à indice de réfraction

constant et des réfractions à travers une lentille mince (avec $f_L$ est sa longueur focale). Pour obtenir la matrice totale du système optique dans son ensemble, les matrices individuelles sont combinées dans l'ordre inverse.

| | Matrice ABCD | Détails |
|---|---|---|
| **Propagation** | $\begin{pmatrix} 1 & d \\ 0 & 1 \end{pmatrix}$ | $d$ : Longueur de propagation |
| **Lentille** | $\begin{pmatrix} 1 & 0 \\ -1/f_L & 1 \end{pmatrix}$ | $f_L > 0$ pour une lentille positive<br>$f_L < 0$ pour une lentille négative |

**Tableau 3.1.** Matrices ABCD pour la propagation d'un faisceau dans une lentille mince et dans un milieu à indice de réfraction constant.

Pour focaliser et adapter le faisceau gaussien du laser Nd:YAG au mode fondamental ($TEM_{00}$) de la cavité plan-concave mesurant 50 mm de longueur, ainsi que pour éviter le couplage avec les modes d'ordres supérieurs, un montage optique composé de deux lentilles est réalisé. Ce montage est placé à une distance de 9,2 cm du collimateur, qui à son tour est installé à la sortie de la fibre optique. Les deux lentilles, ayant des focales de 8 mm et 1 m respectivement, sont espacées à une distance de 9,5 cm l'une de l'autre. Le faisceau, après avoir traversé la deuxième lentille, parcourt une distance de 60,5 cm avant d'entrer dans la cavité FP, comme illustré Figure 3.2.

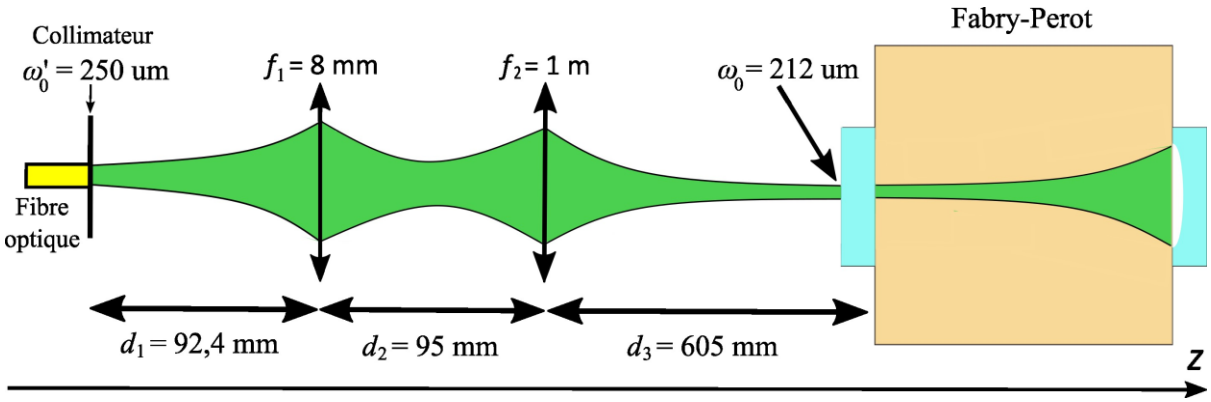


**Figure 3.2.** Montage optique pour adaptation du faisceau gaussien à la cavité Fabry-Perot.

Le miroir plan de la cavité FP est placé au niveau du waist du faisceau, situé à environ 80 cm de la sortie de la fibre optique, pour adapter le front d'onde du faisceau au rayon de courbure du miroir concave. Cette configuration permet l'élimination des modes transverses d'ordre supérieur. Par conséquent, aucun signal n'est détecté en sortie de la cavité entre deux résonnances du FP, lesquelles sont espacées de 3 GHz ($\Delta\nu_{ISL}$).

### 3.1.2. Méthode d'asservissement

Ici, la fréquence du laser « de mesure » est asservie sur le sommet d'une résonnance de la cavité Fabry-Perot durant la mesure de pression avec pour effet de maximiser l'intensité lumineuse en sortie de la cavité.

Comme illustré Figure 3.1, le faisceau laser incident, modulé en fréquence à 38 kHz par un signal sinusoïdal appelé signal de dither (signal de modulation), fait plusieurs aller-retours dans la cavité avant d'être reçu par un photodétecteur (PD). Le signal dérivé (i.e. le signal d'erreur) est obtenu en démodulant à 38 kHz le signal provenant du PD par une détection synchrone. Le signal d'erreur est transmis à la partie piézoélectrique du laser pour ajuster sa fréquence par l'intermédiaire d'un contrôleur proportionnel-intégral [79]. Cette boucle de rétroaction permet de suivre en permanence la position du pic de résonnance, en apportant une correction pour chaque fluctuation.

Si la densité du gaz change, entraînant une modification de sa réfractivité, le mécanisme d'asservissement ajuste la fréquence du laser de manière à maintenir la résonnance dans la cavité. Ainsi, les changements de fréquence suivent les variations d'indice de réfraction [3].

La fréquence de ce laser asservie sur une résonnance de la cavité FP est mesurée par un battement en fréquence par rapport à un laser Nd:YAG « de référence », lui-même asservi sur l'un des pics d'absorption saturée de la vapeur d'iode moléculaire $^{127}\mathrm{I}_2$ [76,89]. La vapeur d'iode est contenue dans une cellule en quartz scellée de 50 cm, dont le point froid est maintenu à une température de $-10$ °C. Dans le cas présent, l'asservissement du laser de référence se fait sur la composante $a_1$ de la transition $R(56)32-0$ qui a une fréquence absolue de $563\ 259{,}651\ 924\ 224$ GHz. Cette fréquence est très stable dans le temps et reproductible à quelques kilohertz près (de l'ordre du mPa) [76].

En effet, comme on peut le voir Figure 3.1, les faisceaux sortants des deux sources lasers sont en partie combinés à l'aide de coupleurs optiques fibrés (COF) et transmis à travers une photodiode rapide (FPD), vers un compteur de fréquence EIP 625A (temps d'intégration fixé à 1 s) pour mesurer le battement en fréquence. La valeur du battement permet de déduire la fréquence du laser de mesure à partir de la fréquence du laser de référence [79].

Le recours au battement en fréquence est nécessaire en raison de l'impossibilité de mesurer la fréquence du faisceau laser, qui effectue environ $5{,}63 \times 10^{14}$ oscillations par seconde, du fait de la bande passante limitée des détecteurs usuels. Pour surmonter cette limitation, il est possible d'utiliser un battement de fréquence avec une fréquence de référence pour ramener la différence de fréquence à l'échelle des gigahertz, ce qui peut être ensuite mesuré à l'aide de fréquencemètres. Il est également possible d'utiliser un peigne de fréquence comme référence de fréquence, mais cela rendrait l'expérience beaucoup plus complexe sans gain dans l'incertitude sur les mesures de pression *in fine*.

## 3.2. Système de contrôle et de mesure de température

La régulation de la température du réfractomètre et de son environnement à des niveaux meilleurs que le millikelvin (sub-mK) est essentielle pour garantir des mesures de pression thermodynamique fiables. En réalité, cette régulation présente un double effet. D'une part, elle assure la stabilité de la température du gaz, ce qui permet d'obtenir une stabilité de l'indice de réfraction du gaz et, par conséquent, une stabilité de la fréquence du laser. D'autre part, elle maintient la stabilité de la température du réfractomètre, assurant ainsi la stabilité de la longueur du réfractomètre (et donc de sa longueur optique).

Le Fabry-Perot développé au LNE-Cnam est particulièrement sensible aux variations de température en raison de son coefficient de dilatation thermique relativement élevé. Cette caractéristique est attribuée à l'utilisation de deux matériaux distincts pour la réalisation du FP, comme détaillé au paragraphe 2.2.2.2 et mesuré dans la section 3.4.2.

Sont détaillées ici les techniques mises en place pour assurer un environnement homogène et stable en termes de température dans lequel le réfractomètre est placé. Cela a été rendu possible grâce à l'utilisation d'un système de contrôle de température dédié et à l'installation d'un ensemble d'enceintes qui isole efficacement le réfractomètre des perturbations extérieures.

### 3.2.1. Régulation de température

Le réfractomètre FP est placé à l'intérieur d'une enceinte en cuivre hermétique, étanche et épaisse de 8 mm. Le choix du cuivre est motivé par sa conductivité thermique élevée, assurant l'uniformité de la température sur l'ensemble de la surface de l'enceinte et à l'intérieur de celle-ci. Cette première enceinte sert également d'enceinte à vide. L'étanchéité du couvercle est assurée par un joint en indium.

Deux tubes en acier inoxydable 316L, permettent l'injection de gaz et/ou la réalisation du pompage, comme illustré Figure 3.3.

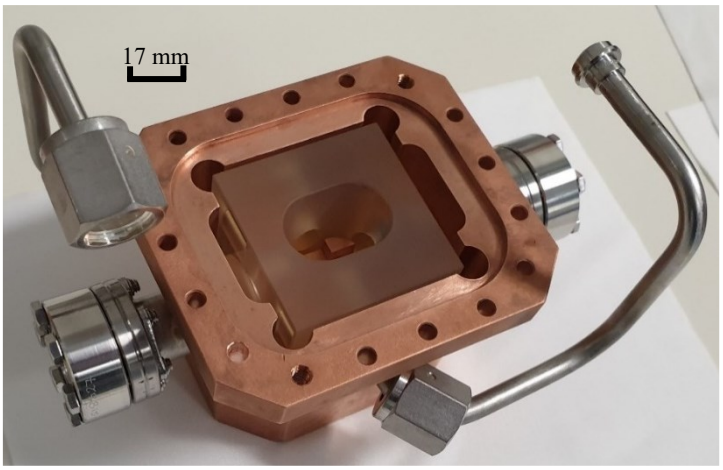


**Figure 3.3.** Photo du réfractomètre placé dans l'enceinte en cuivre (sans couvercle), servant aussi d'enceinte à vide.

Cette première enceinte en cuivre est logée à l'intérieur d'une deuxième enceinte en cuivre de 2 mm d'épaisseur, qui, à son tour, est placée dans une enceinte en acier inoxydable, comme illustré Figure 3.4. Cette configuration à plusieurs niveaux d'enceintes agit comme un filtre pour les perturbations externes de température.

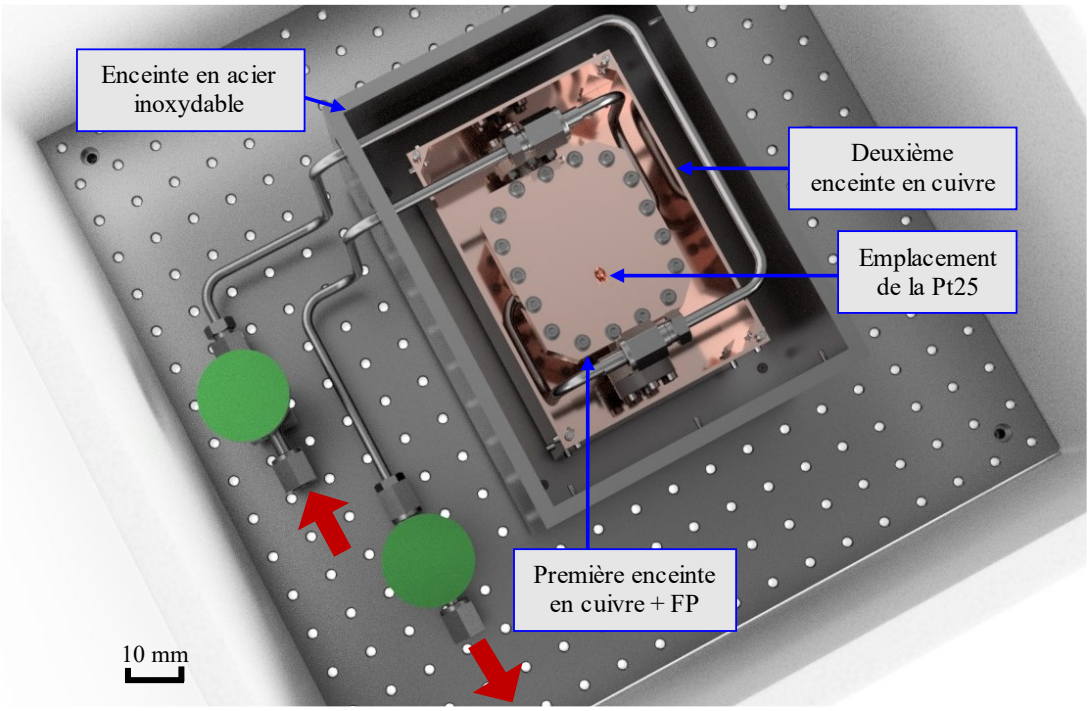


**Figure 3.4.** Ensemble des enceintes entourant le réfractomètre (vue de dessus).

Le couvercle de la première enceinte est pourvu d'un trou conçu pour placer une sonde à résistance de platine encapsulé Pt25 (Fluke SPRT), étalonnée aux points de fusion du gallium (29,76 °C) et du point triple de l'eau (0,01 °C). Cette sonde est placée de manière à être aussi proche que possible du FP sans contact physique afin d'éviter tout transfert thermique, comme on peut le voir Figure 3.5.

Par conséquent, la température mesurée par cette sonde est supposée être la température réelle du gaz ainsi que celle de la cavité FP.

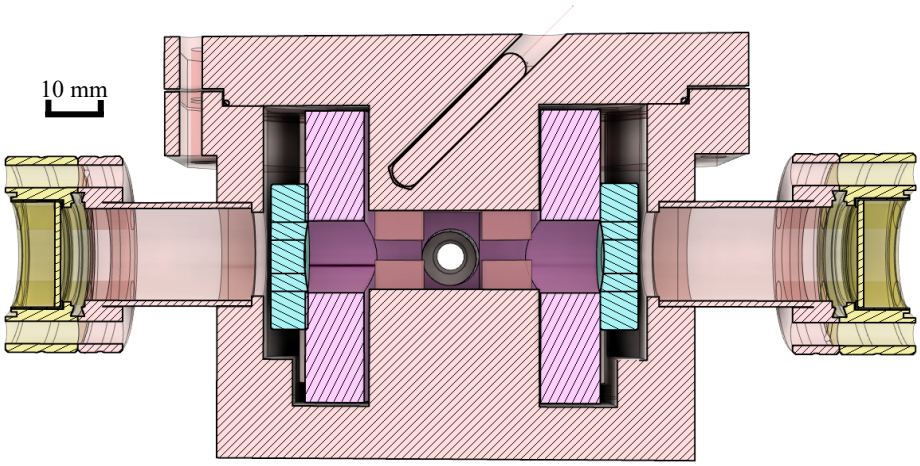


**Figure 3.5.** Vue en coupe de la première enceinte en cuivre avec l'emplacement de la sonde Pt25.

On constate que le système d'enceintes permet de réduire d'un facteur 100 les variations de température du FP corrélées aux variations de température de la salle.

Afin d'améliorer la stabilité de la température du gaz dans le réfractomètre, le couvercle de la première enceinte en cuivre ainsi que les deux parois opposées de la deuxième enceinte en cuivre sont régulés en température individuellement en utilisant des systèmes autonomes basés sur des microcontrôleurs de type Arduino, en combinaison avec des sondes Pt100, des résistances chauffantes (thermofoils) et des multimètres de précision (Keithley 2000 et 2001) [16]. La température de consigne pour ces régulations est autour du point de fusion du gallium, qui correspond au point d'étalonnage de la sonde Pt25 utilisée pour les mesures de température. Un exemple de la stabilité de la température de régulation est illustré Figure 3.6.

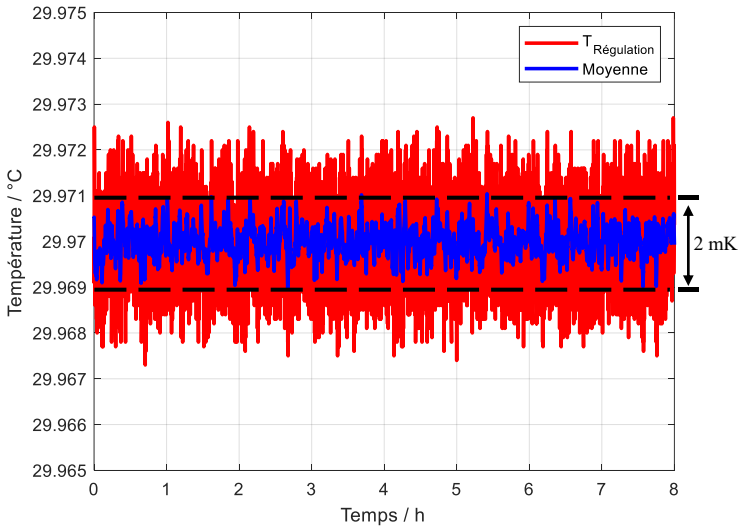


**Figure 3.6.** Température de régulation de l'enceinte en cuivre et sa moyenne glissante sur 40 s.

### 3.2.2. Résultats de mesure de la température du réfractomètre

Lorsque les trois régulations sont en fonctionnement, que la climatisation de la salle est coupée et que l'ensemble des enceintes est entièrement recouvert par une boite en polystyrène expansé, la température du bloc devient stable. La mesure de cette température par la sonde Pt25 couplée avec un multimètre de précision Keithley 2002 de 8,5 digits, sur une période de 4 heures, fournit le résultat présenté Figure 3.7.

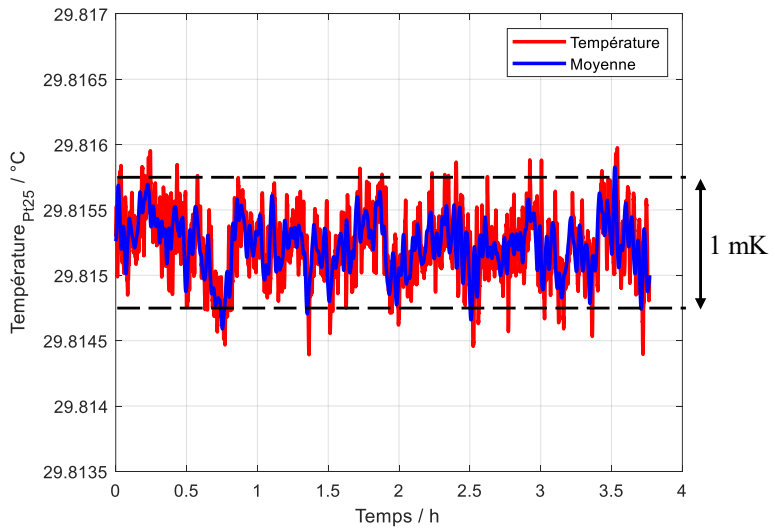


**Figure 3.7.** Température du réfractomètre mesurée par la sonde Pt25 et valeur moyenne glissante sur 30 s.

Une stabilité en température à moins que le millikelvin a ainsi été obtenue comme l'illustre l'histogramme de cette mesure Figure 3.8. La loi de distribution suivante **est une loi normale centrée sur 29,8154 °C avec un écart-type de 0,3 mK.**

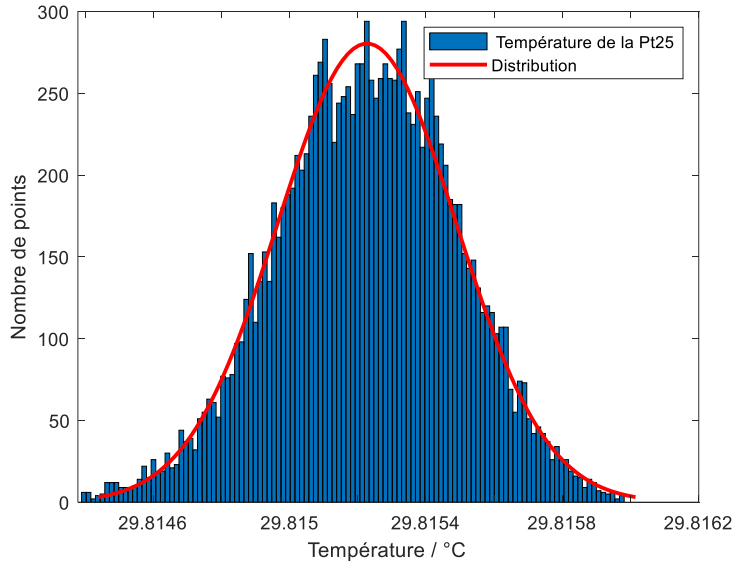


**Figure 3.8.** Histogramme de mesure de température sur 4 heures. Demi-largeur à mi-hauteur 0,3 mK.

La Figure 3.9, quant à elle, représente une série de mesure de température sur une semaine.

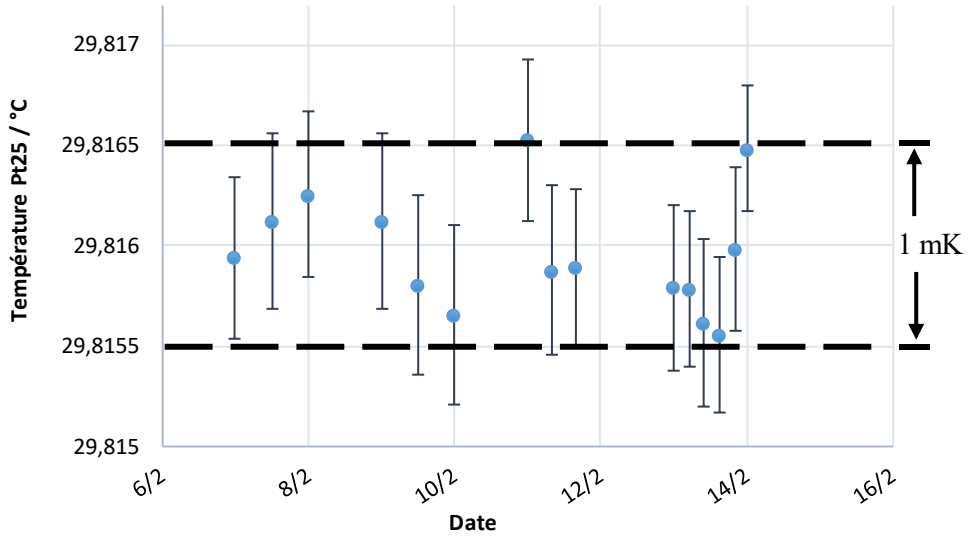


**Figure 3.9.** Moyennes sur 4 heures et écart-types des mesures de température sur une semaine.

Sur cette période, la température de la Pt25 a présenté une variation maximale de 1 mK. Les données de cette série de mesures révèlent un écart-type de 0,4 mK, avec une moyenne de 29,816 °C.

L'incertitude liée à la mesure de température est dominée par l'incertitude issue du certificat d'étalonnage associé à la chaine de mesure de température, comprenant la sonde Pt25 et le multimètre numérique Keithley 2002. Elle est estimée à 1,1 mK, ce qui contribue à une incertitude proportionnelle à la de pression de $\mathbf{3,6 \times 10^{-6} \cdot p\ (k = 1)}$.

## 3.3. Stabilisation de la pression du gaz

Afin de mesurer la pression d'un gaz à l'aide du réfractomètre de type Fabry-Perot, tout en maintenant une incertitude-type inférieure à 10 ppm sur une gamme de pression allant de 100 Pa à 100 kPa, il est crucial de maintenir cette pression stable pendant toute la durée de la mesure. Pour garantir cette stabilité, nous avons opté pour une balance de pression à piston tournant de référence DHI de type PG7607, fournie par le LNE (Figure 3.10).

La réalisation du pascal et la traçabilité de cette balance PG7607 sont assurées par des masses étalonnées, l'accélération de la pesanteur connue localement et la surface effective de l'ensemble piston-cylindre déterminée géométriquement [3].

**Figure 3.10.** Balance de pression à piston tournant PG7607.

Le mécanisme du piston tournant de la DHI PG7607, conçu pour minimiser les erreurs de mesure causées par les frottements, permet d'obtenir une stabilité en pression avec de faibles incertitudes.

La cloche en verre contenant les masses étalonnées est pompée jusqu'à obtenir un vide de l'ordre de 0,2 Pa afin de pouvoir mesurer une pression absolue. Dans ce cas, la force résultante de la pression atmosphérique ainsi que ses variations sont éliminées. Par conséquent, lorsque le réfractomètre est connecté à la balance de référence, la pression du gaz à l'intérieur du FP est équilibrée par la pression résultante de la force exercée par l'ensemble piston-cylindre et des masses étalonnées.

La pression absolue $P_{\text{abs}}$ délivrée par cette balance de pression, à une température $t_{pc}$ donnée de l'ensemble piston-cylindre, est donnée par

$$P_{\text{abs}} = \frac{\sum_i \left[ m_i \cdot g \left( 1 - \frac{\rho_a}{\rho_{mi}} \right) \right]}{S_0 \left[ 1 + \left( \alpha_p + \alpha_c \right) \cdot \left( t_{pc} - t_{\text{ref}} \right) \right] \left[ 1 + \lambda_p \right]} + \mu + \rho_f \cdot g \cdot \Delta h, \tag{3.8}$$

avec $m_i$ la masse réelle d'ordre $i$ appliquée sur le piston, $g$ l'accélération de la pesanteur au lieu d'utilisation de la balance, $\rho_a$ la masse volumique de l'air (considérée comme nulle en pression absolue), $\rho_{mi}$ la masse volumique de la masse $m_i$ appliquée sur le piston, $\rho_f$ la densité du fluide, $S_0$ la section efficace de l'ensemble piston-cylindre à 20 °C et à pression nulle, $\alpha_p$ et $\alpha_c$ les coefficients de dilatation linéaire du matériau du piston et du cylindre respectivement, $t_{\text{ref}}$ la température de l'ensemble piston-

cylindre en étalonnage, $\lambda_p$ le coefficient de déformation de l'ensemble piston-cylindre, $\mu$ la pression résiduelle dans la cloche et $\Delta h$ la différence de hauteur entre le centre du réfractomètre et le centre de la balance.

Cet instrument de référence, équipé d'un piston-cylindre de 20 cm$^2$ avec un coefficient de sensibilité de 5 kPa/kg, présente une incertitude élargie de $0{,}2\ \mathrm{Pa} + 9{,}0 \times 10^{-6} \cdot p$.

Cette balance PG7607 permet de maintenir une stabilité de l'ordre du mPa dans la gamme de pression qui nous intéresse. La mesure de la pression absolue est principalement influencée par deux facteurs : la pression résiduelle dans la cloche et la température de l'ensemble piston-cylindre. Son utilisation devient complexe lorsqu'il s'agit de mesurer des basses pressions. En plus de la sensibilité de la balance de pression aux fuites, la complexité provient également de la définition traditionnelle de la pression. Dans cette situation, deux options se présentent :

- réduire la masse posée sur l'ensemble piston-cylindre, cependant, cette valeur est limitée par la masse de l'ensemble cylindre-piston qui est de 700 g, correspondant à une pression de 3,5 kPa ;
- augmenter la surface effective du piston, ce qui n'est pas possible car elle est constante et fixée à 20 cm$^2$.

Par conséquent, pour atteindre des pressions plus basses, il est nécessaire d'utiliser un autre étalon de pression comme la balance de pression (PG) et/ou le manomètre à membrane capacitive (CDG).

## 3.4. Caractérisation du réfractomètre

Selon l'équation (2.15), la qualité de la mesure de réfractivité d'un gaz avec une cavité Fabry-Perot dépend de la connaissance des paramètres intrinsèques de la cavité ainsi que de leurs incertitudes associées.

En effet, le réfractomètre offre la possibilité d'évaluer ses propres paramètres physiques grâce à la stabilité et à la maitrise de l'environnement qui l'entoure en température et en pression.

Dans cette section, la méthode de mesure de chaque paramètre est détaillée, avec les résultats obtenus et leurs incertitudes respectives. Leur contribution à la pression thermodynamique finale est ensuite analysée, avec des pistes d'amélioration le cas échéant.

### 3.4.1. Mesure de la dérive à long terme du réfractomètre

Le vieillissement de l'interféromètre optique est caractérisé en mesurant la fréquence du faisceau laser asservi sur un mode de résonnance $TEM_{00}$ de la cavité Fabry-Perot, maintenue sous vide et à une température de 29,816 °C. La mesure s'étend sur une période de plusieurs mois et les résultats obtenus sont représentés Figure 3.11.

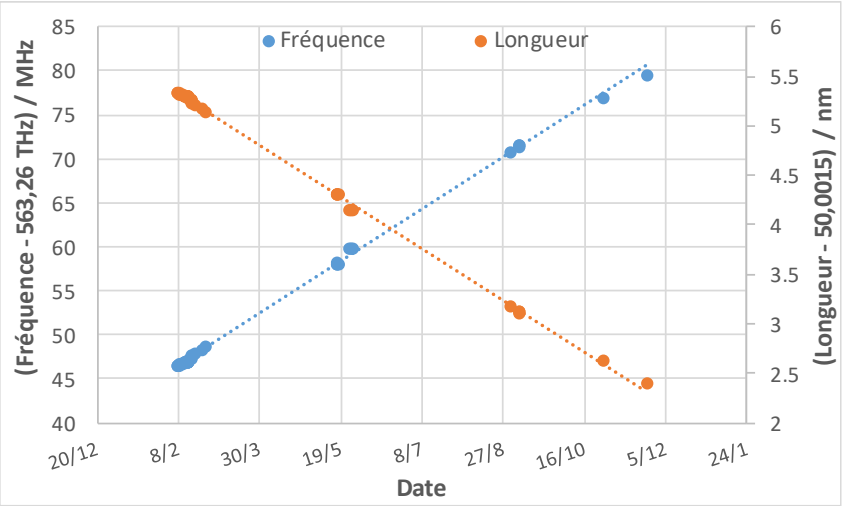


**Figure 3.11.** Dérive de la fréquence du laser et de la longueur de la cavité.

La fréquence du laser asservie sur le FP a été mesurée de manière intermittente pour des conditions de température et de vide identiques, révélant une dérive d'environ 118 kHz/jour. Cette dérive de fréquence permet d'estimer le vieillissement de la cavité Fabry-Perot et donc la contraction de sa longueur avec le temps, qui est d'environ $-10{,}5$ pm/jour pour une longueur de 50 mm. Cette valeur concorde avec celle rapportée dans la littérature [18,62].

Pendant toute la période de mesure du vieillissement, l'enceinte entourant le réfractomètre n'est pas maintenue en permanence sous vide, mais peut être remplie de gaz à différentes pressions. Il a été confirmé que le taux de vieillissement est linéaire avec le temps, à condition que le réfractomètre soit ramené à la même température.

En appliquant l'équation (2.16), la dérive à long terme est estimée à :

$$\boldsymbol{\gamma = -2,093(11) \times 10^{-10}/\text{jour}\ (k\ =\ 1)}\cdot$$

L'incertitude associée à la détermination du coefficient $\gamma$ est le résidu par rapport à la pente obtenue par la méthode des moindres carrés.

Le vieillissement de la cavité Fabry-Perot est indépendant de la pression. Par conséquent, la correction à appliquer à la mesure de pression ne dépend que du temps écoulé entre la mesure sous vide et la mesure sous gaz. Pour un écart de 9 heures entre les deux mesures (sous vide le matin et sous gaz

pendant la journée), la correction relative à appliquer sur la valeur de la réfractivité est de $7{,}8 \times 10^{-11}$, ce qui correspond à une correction de pression de 29 mPa. **Compte tenu de l'incertitude sur $\gamma$, l'impact sur l'incertitude de la mesure de pression est de 0,13 mPa**. Cette valeur est reportée dans le Tableau 3.5.

### 3.4.2. Mesure du coefficient de dilatation thermique

Le coefficient de dilatation thermique du FP est déterminé en mettant le réfractomètre sous vide (0,4 mPa) et à une température présentant une stabilité sub-millikelvin. Lorsque des variations de température d'environ $\pm$ 50 mK et $\pm$ 100 mK sont appliquées au réfractomètre, la fréquence du laser suit ces fluctuations et les résultats sont présentés dans le Tableau 3.2.

| Date | Température / °C | Battement en fréquence / Hz | $\alpha/°\mathrm{C}^{-1}$ |
|---|---|---|---|
| **23/02/22** | 29,913 | 1 712 311 543 | $1{,}6552 \times 10^{-7}$ |
| **24/02/22** | 28,816 | 1 703 333 443 | $1{,}7127 \times 10^{-7}$ |
| **28/02/22** | 29,716 | 1 693 648 137 | $1{,}5511 \times 10^{-7}$ |
| **29/02/22** | 29,812 | 1 702 061 451 | $1{,}4723 \times 10^{-7}$ |
| **03/03/22** | 29,860 | 1 706 033 624 | $1{,}6497 \times 10^{-7}$ |
| **04/03/22** | 29,765 | 1 697 150 150 | $1{,}4093 \times 10^{-7}$ |
| **07/03/22** | 29,812 | 1 700 904 797 | -- |

**Tableau 3.2.** Mesure du coefficient de dilatation thermique en réponse à des sauts de température.

La moyenne et ainsi que son incertitude-type associée sont évaluées à :

$$\boldsymbol{\alpha = 1{,}58(12) \times 10^{-7}\ °\mathrm{C}^{-1}\ (k = 1)}\ \cdot$$

Cela signifie qu'une différence de température de 1 mK entre l'état de référence (le vide) et l'état de mesure induirait une erreur sur la pression mesurée de 53 mPa.

Cette valeur mesurée de $\alpha$ est du même ordre de grandeur que celle précédemment calculée pour l'ensemble silice-Zerodur® de forme cylindrique (*cf.* § 2.2.2.2). Afin de réduire la valeur et l'incertitude du coefficient de dilatation thermique d'un facteur 10, quatre solutions sont envisageables.

1. Utiliser des miroirs avec un coefficient de dilatation thermique plus faible que celui de l'entretoise en Zerodur®, de manière à obtenir une différence [$\alpha_s$-$\alpha_Z$] négative, ce qui réduirait $\alpha_{\mathrm{eff}}$ de l'équation (2.19).

2. Utiliser le même matériau à faible coefficient de dilatation thermique pour réaliser l'ensemble entretoise-miroir du réfractomètre.
3. Augmenter la longueur du bloc de Zerodur®. En effet, nous avons observé que le coefficient $\alpha$ mesuré ici est deux fois plus élevé à celui obtenu pour une autre cavité FP, qui est deux fois plus longue et fabriquée avec les mêmes matériaux. Cependant, l'augmentation de la taille induit d'autres inconvénients notamment la non-homogénéité de la température sur l'ensemble de la cavité.
4. Ajouter deux anneaux supplémentaires en ULE sur les faces arrière des miroirs pour éliminer leur expansion axiale [78].

L'élongation de la cavité liée au coefficient de dilatation thermique ne dépend pas de la pression mesurée. Ainsi, une différence de température entre les deux états de mesure, entraine uniquement un décalage de la valeur mesurée de la pression thermodynamique. L'incertitude-type donnée plus haut pour le coefficient de dilatation thermique (d'environ 10 % en valeur relative) **contribue à une incertitude-type de 4 mPa pour une différence de température entre les deux mesures de 1 mK.** Cette valeur est reportée dans Tableau 3.5.

La contribution de l'incertitude liée au coefficient de dilatation thermique de 4 mPa est plutôt plus faible parce que l'incertitude sur la température est inférieure à 1 mK. Lorsque la cavité est mise sous vide, un gradient de température se crée entre l'enceinte en cuivre régulée et la cavité FP, puisque le transfert de température, dans ce cas, ne se fait que par rayonnement et donc moins efficacement. Néanmoins une mesure de la fréquence du laser asservi sur la cavité sous vide pendant 7 h montre également que la température du FP sous vide est plus stable que 1 mK (voir Figure 3.12). Dans tous les cas, une différence de température de 1 mK entre les deux états est une valeur surestimée.

Pour minimiser la différence de température entre les deux états $\Delta T$, deux étapes doivent être suivies.

a. Atténuer l'effet de l'ilot de chaleur en pompant le gaz du réfractomètre avec un faible débit tout en effectuant un ou deux paliers à basse pression (1 kPa et/ou 100 Pa) de plusieurs minutes. Cela permet au réfractomètre d'être amené à l'équilibre thermique en adoptant la température de l'enceinte en cuivre grâce au faible nombre d'atomes restants dans la cavité (voir en détail section 4.1).
b. Une fois sous vide, pomper encore le gaz du réfractomètre pendant plusieurs heures pour permettre la limitation du gradient de température résiduel qui n'est pas éliminé à l'étape précédente, grâce au transfert de chaleur par rayonnement.

En suivant ces deux étapes, la fréquence du laser, asservie sur une résonnance de la cavité sous vide, atteint un état de stabilité, comme représentée Figure 3.12.

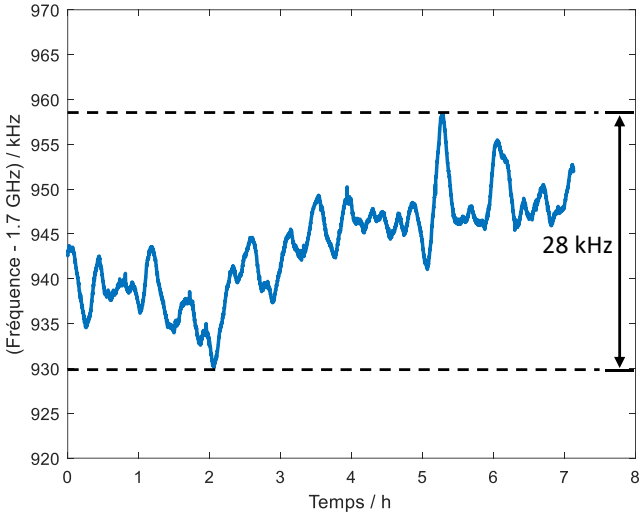


**Figure 3.12.** Variation de la fréquence du laser asservi sur la cavité sous vide.

La variation maximale de la fréquence du laser de 28 kHz sur une durée de mesure de 7 heures indique une variation de température de 0,06 mK. Cependant, lors de la mesure de la pression thermodynamique, la fréquence du laser est mesurée sur seulement une dizaine de minutes. Dans ce cas, la variation de fréquence est nettement plus faible, ce qui contribue à une incertitude de mesure de pression inférieur à 0,82 mPa.

Étant donné que la sonde de température ne se trouve pas en contact direct avec le réfractomètre, l'incertitude sur la température de la cavité sous vide et sous gaz, et donc sur $\boldsymbol{\Delta T}$, est estimée à 0,25 mK, **ce qui entraîne une incertitude-type de 13,4 mPa sur la mesure de pression thermodynamique.**

### 3.4.3. Mesure du coefficient de déformation mécanique

Afin de mesurer le coefficient de déformation mécanique du réfractomètre, celui-ci est soumis à des valeurs de pression d'azote allant du vide à 50 kPa. La différence de taille entre la surface interne et la surface externe de la cavité FP, exposée au gaz et donc à la force qu'il exerce, conduit à une contraction de la longueur du réfractomètre d'environ 16,8 nm (*cf.* § 2.2.2.3).

Le coefficient de déformation mécanique est déduit de l'expression (2.15) de la réfractivité d'un gaz dans un réfractomètre à simple cavité, comme suit :

$$\beta = \frac{(n-1) - (1+\epsilon_\alpha)\dfrac{\nu_0 - \nu_g + \Delta m \cdot \Delta\nu_{FSR}}{\nu_g}}{n \cdot \Delta P}. \tag{3.9}$$

Le vieillissement et la dilatation thermique du réfractomètre ont été négligés, étant donné que la température a été stabilisée à un niveau inférieur au mK et que les mesures ont été effectuées sur une courte période de temps. Par conséquent, ces paramètres sont considérés comme de second ordre.

La mesure de $\beta$ a été réalisée sur plusieurs jours. Les valeurs de la pression thermodynamique, ainsi que leurs incertitudes associées, ont été obtenues en utilisant la méthode de Monte-Carlo avec logiciel LNE UNCERTAINTY [40]. Les résultats de mesure de $\beta$ sont présentés dans le Tableau 3.3.

| Date | Pression / kPa | $\beta \times 10^{-12}$ / Pa |
|---|---|---|
| **20/10/22** | 50,018 | − 6,902(25) |
| **24/10/22** | 50,018 | − 6,904(25) |
| **25/10/22** | 50,018 | − 6,939(25) |
| **27/10/22** | 50,018 | − 6,886(25) |

**Tableau 3.3.** Calcul du coefficient de déformation mécanique pour une pression de 50 kPa.

Par conséquent, la valeur et l'incertitude associées au coefficient de déformation mécanique sont de :

$$\boldsymbol{\beta = -6,908(25) \times 10^{-12}/\mathrm{Pa}\ (k = 1)} \cdot$$

L'incertitude associée à $\beta$, qui est relativement élevée, provient principalement de l'incertitude liée à la balance de pression à piston tournant, à la température du gaz $T$, à la polarisabilité molaire $A_R$, et au deuxième coefficient du viriel de densité $B_\rho$ de l'azote à une longueur d'onde de 532 nm, comme on peut le voir Figure 3.13.

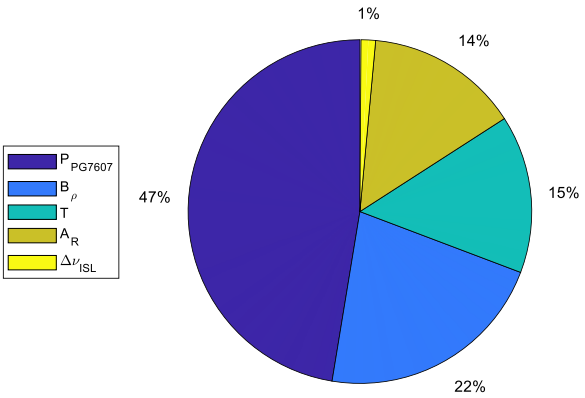


**Figure 3.13.** Contributions des différents paramètres à l'incertitude associée au coefficient de déformation mécanique.

Il est nécessaire de mesurer ce coefficient de déformation mécanique en recourant à d'autres méthodes pour réduire ses incertitudes et donc sa contribution sur les incertitudes associées à l'indice de réfraction et à la pression de l'azote, qui sont actuellement d'environ 99 % et 40 % respectivement.

**Il existe deux méthodes pour réduire l'incertitude associée à $\beta$.**

1. **L'extrapolation de nouvelles valeurs de polarisabilité molaire**, mesurées à différentes longueurs d'onde telles que 633 nm, vers la longueur d'onde d'intérêt, qui est 532 nm. Cependant, à cette longueur d'onde, la polarisabilité molaire présenterait une incertitude plus importante en raison de l'erreur sur la droite d'extrapolation.
2. **L'utilisation de la méthode des deux gaz** [90]. Cette approche implique la mise du réfractomètre successivement sous hélium et sous azote à une pression équivalente. En traitant les défis associés à l'effet de l'ilot de chaleur et à la pénétration de l'hélium dans le matériaux composant le réfractomètre, le coefficient de déformation mécanique peut être déduit avec une incertitude plus faible d'un ordre de grandeur par rapport à celle mesurée dans notre cas [90]. Cette méthode élimine l'incertitude liée à la mesure de pression entre les différents états de pression permettant de mesurer $\beta$.

Les valeurs du coefficient de déformation mécanique mesurée et obtenue par simulation au paragraphe 2.2.2.3 sont représentées, avec leurs incertitudes élargies respectives, dans la Figure 3.14.

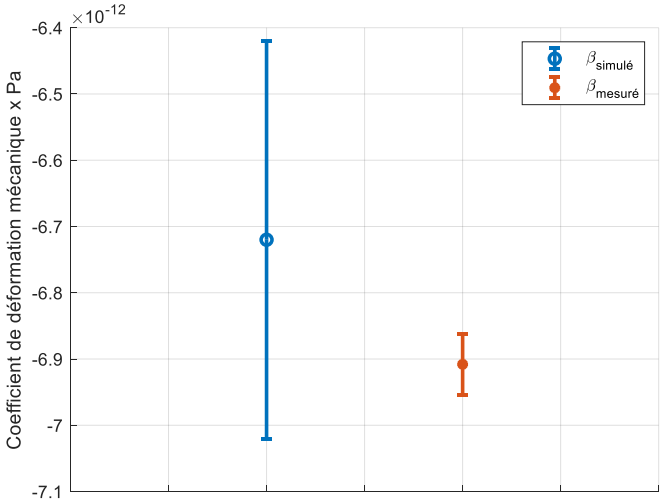


**Figure 3.14.** Valeurs simulé et mesuré obtenues pour le coefficient de déformation mécanique du réfractomètre et incertitudes élargies associées ($k$ = 2).

Cette représentation illustre la cohérence des résultats obtenus, malgré les hypothèses faites pour les simulations (notamment sur le maillage) et les incertitudes liées aux paramètres des matériaux constituant la cavité FP.

Ce paramètre est directement proportionnel à la pression du gaz dans le réfractomètre et **contribue de manière significative à l'incertitude sur la mesure de pression thermodynamique, avec une valeur de $\mathbf{8,33 \times 10^{-6} \cdot p\ (k = 1)}$.** Cette valeur est présentée dans le Tableau 3.5.

### 3.4.4. Mesure de l'intervalle spectral libre

Pour mesurer l'intervalle spectral libre du réfractomètre, deux lasers Nd:YAG de 532 nm sont asservis respectivement sur le sommet de deux résonnances successives $m_i$ et $m_{i+1}$ de la même cavité FP. Ces lasers sont modulés avec deux fréquences de modulation distincts, séparées d'un ordre de grandeur : le laser de référence est modulé à 5,92 kHz, tandis que le laser de mesure est modulé à 37,39 kHz.

Les deux faisceaux en sortie de la cavité sont détectés par la même photodiode (PD). Le signal électrique de sortie est transmis à chacune des détections synchrones qui a servi à générer le signal de modulation des lasers. Les filtres passe-bas des détections synchrones sont suffisamment étroits (constante de temps de 300 µs) pour filtrer la fréquence de modulation correspondante à l'autre laser, ce qui permet d'isoler le signal d'intérêt. Le signal d'erreur est transmis à la partie piézoélectrique du laser pour corriger les fluctuations de fréquence via un contrôleur proportionnel-intégral [79].

Les deux faisceaux à la sortie des deux sources lasers sont mélangés grâce à un coupleur optique fibré pour mesurer leur fréquence de battement.

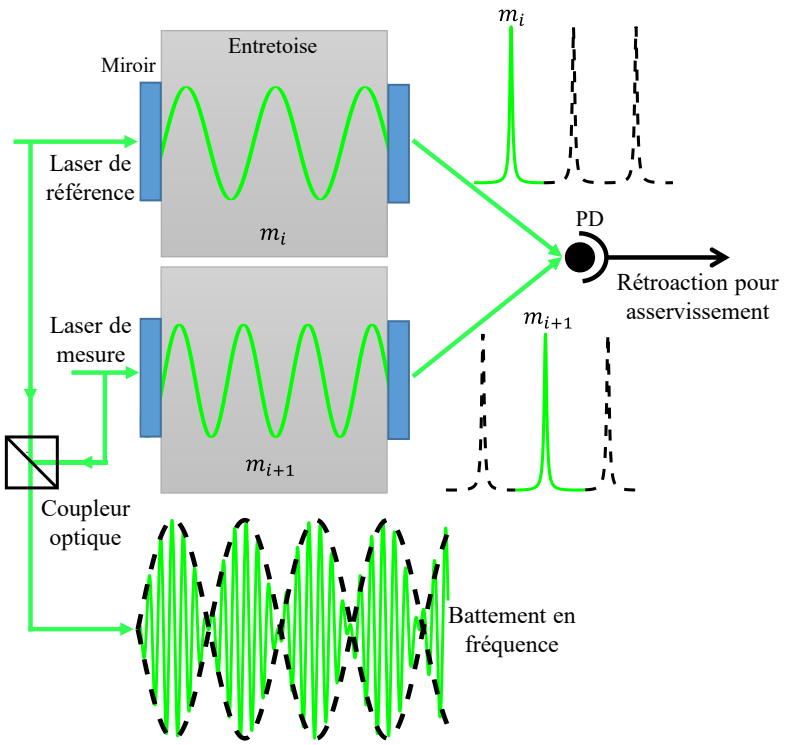


**Figure 3.15.** Technique de mesure de l'intervalle spectral libre.

La représentation de deux cavités sur la Figure 3.15 vise à mettre en évidence l'oscillation de fréquence supplémentaire du faisceau laser asservi sur la résonnance $m_{i+1}$ par rapport à l'autre laser asservi sur la résonnance de référence $m_i$. En pratique, les deux faisceaux provenant des deux sources laser distinctes sont combinés à l'aide d'un coupleur optique et dirigés vers la même cavité FP.

La mesure du battement en fréquence entre les deux résonnances de la cavité FP $m_i$ et $m_{i+1}$ permet de déterminer l'ISL. En pratique, les mesures ont été effectuées en moyenne 5 fois par jour sur plusieurs jours, le réfractomètre étant maintenu sous vide à une température proche du point de fusion du gallium. Les résultats obtenus sont présentés dans le Tableau 3.4.

| **Date** | **Battement en fréquence / Hz** | $\Delta\nu_{ISL}$ **/ kHz** |
|---|---|---|
| **17/12/21** | 2 997 810 560 | 2 997 811,3(7) |
| **20/12/21** | 2 997 811 040 | |
| **21/12/21** | 2 997 812 211 | |
| **10/01/22** | 2 997 811 995 | |

**Tableau 3.4.** Mesure de l'intervalle spectrale libre.

Finalement, la valeur moyenne de l'ISL et son incertitude associée, qui représente l'écart-type des mesures, sont estimées à :

$$\boldsymbol{\Delta\nu_{ISL} = 2\,997\,811,3(7)\ \mathrm{kHz}\ (k\ =\ 1)}\ \cdot$$

Une meilleure exactitude de l'ISL permet de déterminer avec de très faibles incertitudes la longueur de la cavité, en prenant en compte la valeur de la profondeur de pénétration relative selon la formule $L_0 = {}^{c}/_{2\Delta\nu_{ISL}(1+\epsilon_a)}$.

La finesse de la cavité étant de 10 470, la largeur à mi-hauteur correspondante, calculée en utilisant l'équation (2.2), s'élève à 286,3 kHz.

L'ISL est dépendant de la pression, car chaque augmentation de 10 kPa entraîne l'apparition de 5 résonnances. **Ce coefficient contribue à une incertitude-type de $\boldsymbol{0,22 \times 10^{-6} \cdot p\ (k\ =\ 1)}$ sur la pression thermodynamique.**

### 3.4.5. Mesure de la profondeur de pénétration relative

Après avoir été maintenue sous vide pour établir une fréquence de référence de la résonnance $m_0$, la cavité FP est ensuite remplie de gaz à une pression donnée. Lors de l'injection du gaz, le nombre de modes $\Delta m$ parcourus dans la cavité dépend de la pression appliquée.

Ces pics de résonnance dérivent linéairement avec le temps en raison de la contraction de la longueur du FP. Par conséquent, il est essentiel de bien connaître le mode de résonnance du vide pour établir une référence constante tout au long de la mesure de pression. La valeur du mode $m_0$ sur lequel le laser est asservi est également utile pour le calcul de la profondeur de pénétration relative $\epsilon_\alpha$, qui permet d'effectuer une correction sur l'intervalle spectral libre. Le mode de résonnance de la cavité sous vide $m_0$ peut être formulé comme suit [69,71] :

$$m_0 = \left[\frac{\nu_0}{\Delta\nu_{ISL}} - \frac{\Theta_G}{\pi} - \gamma_s'\right], \tag{3.10}$$

où, la notation entre les crochets indique « le nombre entier le plus proche », $\gamma_s'$ est le paramètre reliant la profondeur de pénétration et le retard de groupe, et $\Theta_G$ représente la phase de Gouy qui, pour deux miroirs parallèles de rayon de courbure $R_{c1}$ et $R_{c2}$ formant une cavité FP, est définie comme suit :

$$\Theta_G = \cos^{-1}\sqrt{\left(1 - \frac{L_{FP}}{R_{c1}}\right)\left(1 - \frac{L_{FP}}{R_{c2}}\right)}\cdot \tag{3.11}$$

Pour le réfractomètre du LNE-Cnam, la valeur de $\Theta_G$ est de 0,23.

Pour faciliter le calcul de la valeur du mode $m_0$ [15,91], il est nécessaire d'estimer d'abord la valeur du paramètre $\gamma_s'$ (nommée $\gamma_{est}$) comme suit :

$$\gamma_{est} = \frac{1}{n_H - n_L}, \tag{3.12}$$

avec $n_H = 2{,}1220$ (première couche face au laser) et $n_L = 1{,}4607$ (deuxième couche) [91].

La valeur de $\gamma_{est}$ est estimée à 1,51. Par conséquent, **le nombre de modes $m_0$ de la cavité FP développée au LNE-Cnam, maintenue sous vide, est de 187 888**. Cela permet de déduire la valeur de $\gamma_s'$ à partir de l'équation (3.10), qui vaut 1,44.

En connaissant $m_0$, le nombre de modes $\Delta m$ qui défilent entre le vide et le gaz peut être déterminé de diverses manières. La méthode la plus simple consiste à calculer $\Delta m$ à partir d'une connaissance approximative de l'indice de réfraction. Si la pression et la température d'un gaz sont mesurées avec une précision même limitée (environ 50 Pa et 150 mK, respectivement), l'indice de réfraction est suffisamment bien connu pour qu'il n'y ait qu'une seule valeur de $\Delta m$ arrondie à l'entier le plus proche [3,7]. Pour une cavité de 50 mm de longueur, $\Delta m$ vaut 50 à la pression atmosphérique. Ce nombre

de modes $\Delta m$ diminue de 5 pour chaque baisse de pression de 10 kPa. Ainsi à 10 kPa, la valeur de $\Delta m$ est nulle et le laser reste asservi sur le mode $m_0$.

La profondeur de pénétration relative $\epsilon_\alpha$ peut être interprétée de deux manières [67,69]. Elle est, d'une part, à l'origine d'un retard de groupe $\tau_s$, qui représente le délai que subit une impulsion lumineuse à bande étroite lors de la réflexion, et est exprimée comme suit :

$$\tau_s(n) = \frac{n\gamma_s'}{2\nu_c}. \tag{3.13}$$

Elle peut aussi être directement reliée à la profondeur de pénétration $L_\tau$, qui quantifie l'allongement de la longueur de la cavité résultant de la pénétration du faisceau dans les premières couches du miroir, par

$$L_{\tau,s} = \frac{c\gamma_s'}{4\nu_c}. \tag{3.14}$$

Les valeurs calculées du retard de groupe et de la profondeur de pénétration sont respectivement de 1,28 fs et 0,192 µm.

La profondeur de pénétration relative $\epsilon_\alpha$ est reliée à la profondeur de pénétration de la lumière $L\tau$ dans les premières couches des miroirs avant d'être totalement réfléchie, ainsi qu'à la longueur physique de la cavité $L_{FP}$, comme défini dans l'équation (2.14). Après application numérique, la valeur de $\epsilon_\alpha$ vaut :

$$\boldsymbol{\epsilon_\alpha = 7,7 \times 10^{-6}}.$$

L'incertitude de 10 % estimée sur le coefficient de profondeur de pénétration relative contribue à hauteur de $\boldsymbol{0,77 \times 10^{-6} \cdot p\ (k = 1)}$ sur la mesure de pression thermodynamique.

## 3.5. Bilan d'incertitudes

Le bilan d'incertitudes final sur la mesure de pression par réfractométrie de type Fabry-Perot synthétisé dans le Tableau 3.5 dépend, d'une part, de la détermination des coefficients du viriel de l'azote aux longueur d'onde et température de travail (détaillée au chapitre 1) et, d'autre part, de la caractérisation de la cavité FP dont les différents éléments font l'objet de ce chapitre.

| | Grandeur | Valeur | Incertitude-type | Contribution à u($p_{FP}$) | |
|---|---|---|---|---|---|
| | | | | Terme constant / mPa | Terme proportionnelle à la pression / Pa |
| **A** | $A_R$ / (cm³/mol) | 4,471 341 | $16 \times 10^{-6}$ | | $3{,}47 \times 10^{-6} \cdot p$ |
| **B** | $B_R$ / (cm⁶/mol²) | 0,836 | 0,06 | | $0{,}25 \times 10^{-6} \cdot p$ |
| **C** | $C_R$ / (cm⁹/mol³) | − 81,758 | 5 | | $0{,}01 \times 10^{-6} \cdot p$ |
| **D** | $B_\rho$ / (cm³/mol) | − 4,02 | 0,22 | | $4{,}8 \times 10^{-6} \cdot p$ |
| **E** | $C_\rho$ / (cm⁶/mol²) | 1433 | 84 | | $0{,}35 \times 10^{-6} \cdot p$ |
| **F** | $T$ / K | 302,966 | $1{,}1 \times 10^{-3}$ | | $3{,}6 \times 10^{-6} \cdot p$ |
| **G** | $\alpha$ / mK | $1{,}58 \times 10^{-10}$ | $12 \times 10^{-12}$ | 4 | |
| **H** | $\Delta T$ / mK | | 0,4 | 13,4 | |
| **I** | $\beta$ / Pa⁻¹ | $6{,}908 \times 10^{-12}$ | $25 \times 10^{-15}$ | | $8{,}3 \times 10^{-6} \cdot p$ |
| **J** | $\gamma$ / jour⁻¹ | $2{,}093 \times 10^{-10}$ | $11 \times 10^{-13}$ | 0,13 | |
| **K** | $\epsilon_\alpha$ | $7{,}7 \times 10^{-6}$ | $7{,}7 \times 10^{-7}$ | | $0{,}77 \times 10^{-6} \cdot p$ |
| **L** | $\Delta\nu_{ISL}$ / kHz | 2 997 811,3 | 0,7 | | $0{,}23 \times 10^{-6} \cdot p$ |
| **M** | Dégazage / mPa/h | 20 | | 20 | |
| **Incertitude-type composée** | | $\left[(\mathbf{24,4\ mPa})^2 + \left(\mathbf{10,9 \times 10^{-6} \cdot p}\right)^2\right]^{1/2}$ | | | |
| **Incertitude élargie ($k = 2$)** | | $\left[(\mathbf{48,8\ mPa})^2 + \left(\mathbf{21,7 \times 10^{-6} \cdot p}\right)^2\right]^{1/2}$ | | | |

**Tableau 3.5.** Budget d'incertitude sur la mesure de pression de l'azote par un réfractomètre Fabry-Perot dans la gamme de 100 Pa à 100 kPa.

Les incertitudes de pression apportées par $B_R$, $C_R$, $B_\rho$ et $C_\rho$ concernent une pression de 100 kPa et ont été largement réduites à des pressions inférieures car leurs contributions sont proportionnelles à la pression ou à son carré [19]. Plusieurs précisions sont apportées ci-dessous aux lignes du Tableau 3.5.

**A :** Comme détaillé au paragraphe 1.3.3, la polarisabilité molaire de l'azote donnée ici a été déterminée à 532 nm et à 302,966 K à partir de l'extrapolation de la polarisabilité molaire mesurée à 633 nm et à 302,919 K [8,15]. Sa contribution est évaluée à [8,15,19] : $\frac{u(A_R)}{A_R} = 3{,}47 \times 10^{-6} \cdot p$.

**B et C :** Les valeurs respectives de $B_R$ et $C_R$ s'appuient sur les sources de référence [8,19,29], ainsi que sur les références qui y sont associées.

**D :** En déterminant le coefficient de sensibilité de la pression thermodynamique par rapport à $B_\rho$, à partir de l'équation (1.9), on obtient $\partial p / \partial B_\rho = \frac{4RT}{9 \cdot A_R^2}(n-1)^2$. Sa contribution est d'environ 4,8 ppm à 100 kPa.

**E :** En déterminant le coefficient de sensibilité de la pression thermodynamique par rapport à $C_\rho$, à partir de l'équation (1.9), on obtient $\partial p / \partial C_\rho = \frac{8RT}{27 \cdot A_R^3}(n-1)^3$. Avec $\delta C\rho = 200\ \mathrm{cm}^6/\mathrm{mol}^2$ [8], sa contribution est de l'ordre de 0,35 ppm à 100 kPa.

**F :** Contribution relative de la température [8,19] : $\frac{u(T)}{T} = 3{,}6 \times 10^{-6} \cdot p$.

**G :** Contribution relative du coefficient de dilatation thermique : $\frac{\mathrm{u}(\alpha) \times 1\ \mathrm{Pa}}{3 \times 10^{-9}} = 4\ \mathrm{mPa}$ (§ 3.4.2).

**H :** L'incertitude maximale sur la température de la cavité sous vide et sous gaz, et donc sur $\Delta T$, est de 0,254 mK (en se basant sur la variance d'Allan), ce qui induit une incertitude de $\mathrm{u}(\Delta T) \times \alpha \times \frac{1\ \mathrm{Pa}}{3 \times 10^{-9}} = 13{,}4\ \mathrm{mPa}$ (§ 3.4.2).

**I :** Contribution relative du coefficient de déformation mécanique $\frac{u(\beta) \times 1\mathrm{Pa}}{3 \times 10^{-9}} = 8{,}33 \times 10^{-6} \cdot p$.

**J :** L'incertitude sur la fréquence mesurée étant de 608 Hz/jour, cela correspond à $\frac{u(\gamma)}{1{,}53\ \mathrm{MHz}/\mathrm{Pa}} =$ 0,4 mPa/jour, et donc sa contribution est de 0,13 mPa maximale sur 9 h de mesure.

**K :** En tenant compte d'une incertitude de 10 % sur $\epsilon_\alpha$, sa contribution est, alors, de $0{,}77 \times 10^{-6} \cdot p$.

**L :** Lorsque le FP passe du vide à la pression atmosphérique, 50 pics défilent. Par conséquent, $\frac{u(\nu_{ISL}) \times 50}{1{,}53\ \mathrm{MHz}/\mathrm{Pa}} = 2{,}3 \times 10^{-7} \cdot p$.

**M :** En isolant le FP, qui est maintenu sous vide pendant plusieurs heures, sa pression augmente en raison du dégazage de particules (impuretés) qui se sont accumulées soit dans les raccords et les parois des tubes en acier inoxydable, soit dans les parois insuffisamment polies du réfractomètre et de l'enceinte en cuivre, et qui n'ont pas été évacuées lors de la procédure de pompage. La mesure de ce dégazage est effectuée sur une période d'une heure, en utilisant une jauge à vide de type PKR 251 (Pfeiffer). Au cours de cette période, une augmentation de 20 mPa est mesurée. En supposant la linéarité du dégazage, sa valeur est donc de 20 mPa/h, ce qui concorde avec à la valeur donnée dans le document [18]. La durée d'une heure, qui est prise en compte, représente le temps nécessaire pour que le réfractomètre atteigne la stabilité thermique après l'injection du gaz.

L'incertitude sur la pression thermodynamique ainsi calculée à 50 kPa, en se basant sur l'expression de l'incertitude final, concorde avec les résultats obtenus dans la partie 1.4.

L'incertitude finale sur la mesure de pression thermodynamique effectuée par le réfractomètre se divise en deux composantes distinctes détaillées ci-dessous : l'une est proportionnelle à la pression, et l'autre est liée au décalage (offset) en pression.

- **La composante d'incertitude liée aux termes proportionnels à la pression regroupe :**
  - L'incertitude liée au coefficient de déformation mécanique $\beta$ (contribuant à 8,3 µPa/Pa). Ce coefficient est principalement influencé, à hauteur de 40 %, par les incertitudes liées à la mesure de pression effectuée avec la balance de pression PG7607. La réalisation d'une nouvelle mesure de ce paramètre en utilisant la méthode des deux gaz (hélium et azote) [90] présenterait un double avantage : réduire de manière significative l'incertitude sur $\beta$ (et par conséquent sur la pression mesurée), tout en transformant le réfractomètre FP d'un étalon secondaire en un étalon primaire, car il ne serait plus nécessaire de se baser sur les mesures de pression de la balance.
  - Les incertitudes associées à la polarisabilité molaire $A_R$ et au deuxième coefficient du viriel de densité $B_\rho$.
  - L'incertitude sur la mesure de température $T$.

Cette composante proportionnelle à la pression domine à des niveaux de pression élevés, notamment autour de la pression atmosphérique.

- **La composante d'incertitude liée au décalage en pression (offset) inclut, elle, les termes suivants :**
  - Le taux de dégazage (54 %). Pour réduire ce paramètre, il est nécessaire d'optimiser la capacité de pompage en réduisant la longueur des tuyaux et en utilisant des pompes ioniques, tout en améliorant la qualité de polissage (fini miroir) du réfractomètre et de l'enceinte en cuivre.
  - L'incertitude sur le coefficient de dilatation thermique $\alpha$ et celle du terme $\Delta T$. Il est possible de diminuer d'un ordre de grandeur $\alpha$ et $\Delta T$ en utilisant un ensemble miroir-entretoise présentant de faibles coefficient de dilatation thermique.

Ces facteurs entraînent une détérioration de l'incertitude à basse pression (< 10 kPa).

Dans le cas présent, le réfractomètre est adapté pour effectuer des mesures autour de la pression atmosphérique et peut être utilisé jusqu'à une pression de 5 kPa. Cependant, dans la prochaine version du réfractomètre que nous développerons, il est impératif de prioriser l'utilisation de matériaux présentant un faible coefficient de dilatation thermique, ainsi que d'améliorer et d'optimiser le dispositif (notamment le polissage, la longueur des tuyaux et la capacité de pompage) pour tenir compte de l'effet du dégazage. Cela permettra de réduire considérablement les incertitudes à basses pressions et ainsi de réaliser des mesures de pressions basses jusqu'à 100 Pa.

La Figure 3.16 illustre une comparaison entre les meilleures incertitudes sur des mesures de pression obtenues par la méthode mécanique en France (le manomètre à membrane capacitive (CDG), la balance de pression (FPG) et la balance de pression à piston tournant (PG)), l'objectif fixé dans le cadre du projet QuantumPascal (QP), ainsi que l'incertitude actuelle du réfractomètre Fabry-Perot.

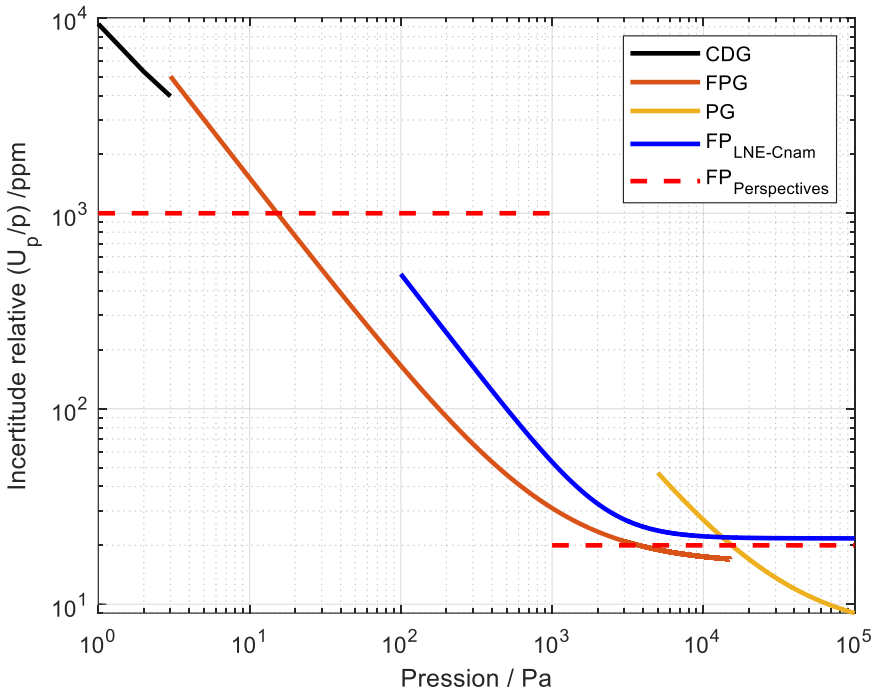


**Figure 3.16.** Comparaison des incertitudes relatives élargies sur des mesures de pression par voie mécanique et optique.

L'incertitude associée au réfractomètre Fabry-Perot est également comparée aux incertitudes obtenues par d'autres LNM utilisant leurs propres capteurs optiques, comme le montre la Figure 3.17.

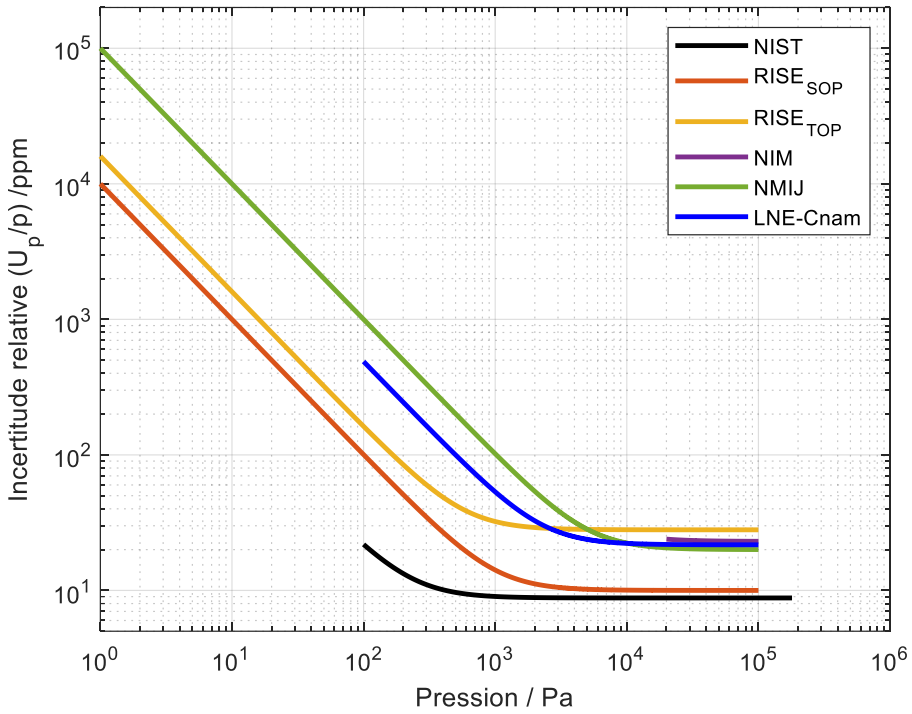


**Figure 3.17.** Comparaison des incertitudes relatives des réfractomètres développés par différents LNM.

La première évaluation de l'incertitude associée au capteur optique développé au LNE-Cnam a permis d'atteindre l'objectif fixé par le projet QP (de 20 ppm) entre la pression atmosphérique et 6 kPa, avec un écart inférieur à 2 ppm ($k = 2$). Cet objectif est également atteint pour des pressions inférieures à 1 kPa. Cependant, entre 1 kPa et 6 kPa, les incertitudes relatives associées au PF restent légèrement élevées comparés à celle du projet.

En limitant l'effet du dégazage et en utilisant des miroirs et une entretoise avec un faible coefficient de dilatation thermique, il serait possible de diminuer significativement la valeur de la composante d'incertitude liée au décalage (offset) sur la pression thermodynamique. Par ailleurs, pour réduire la composante d'incertitude proportionnelle à la pression, il est nécessaire de mesurer avec une autre méthode le coefficient de déformation mécanique de la cavité et de réduire les incertitudes liées à la mesure de température, à la réfractivité molaire et au deuxième coefficient du viriel de densité.

# Quatrième partie :
# Validations expérimentales

Sommaire


**4. Validations expérimentales** ..... 92

**4.1. Atténuation de l'effet de l'ilot de chaleur** ..... **93**

**4.2. Procédure de mesure de pression thermodynamique d'un gaz** ..... **96**

**4.3. Reproductibilité de mesure de pression thermodynamique d'un gaz** ..... **99**

**4.4. Comparaison entre les résultats de mesure obtenus avec le Fabry-Perot et la balance de pression PG7607** **100**

**4.5. Conclusion sur la mesure de pression statique** ..... **104**

# 4. Validations expérimentales

Le chapitre précédent a permis d'établir un bilan d'incertitude pour la mesure de pression par voie optique grâce à la mesure des coefficients intrinsèques de la cavité Fabry-Perot et à l'extrapolation des coefficients du viriel de l'azote à 532,2 nm et à 302,966 K.

Ce chapitre porte sur la description de la procédure que nous avons mise en place pour atteindre le niveau d'incertitude établi, ainsi qu'à la validation expérimentale des performances du réfractomètre pour la mesure de pression de l'azote gazeux en comparant les mesures effectuées avec celle de la meilleure référence actuelle dans la gamme de pression de $30\ \mathrm{kPa} - 100\ \mathrm{kPa}$.

La première section de ce chapitre (§ 4.1) se concentre sur l'étude et l'analyse du concept appelé « ilot de chaleur », qui influence de deux manières la mesure de pression par voie optique. D'une part, ce phénomène entraine une incertitude sur la mesure de température du réfractomètre sous vide. D'autre part, il engendre un délai nécessaire d'environ 1 heure entre l'injection du gaz dans la cavité et la mesure de sa pression pour atteindre un état stable. Ce délai amplifie l'impact du dégazage et des fuites, qui limitent l'incertitude de mesure de pression, en particulier à des pressions inférieures à $10\ \mathrm{kPa}$. Des solutions sont proposées pour atténuer l'effet de cet ilot de chaleur.

La deuxième section (§ 4.2) précise la méthodologie expérimentale suivie pour stabiliser la pression de l'azote dans le réfractomètre, ainsi que pour la mesurer simultanément par voie optique et mécanique. Cette procédure permet de réaliser jusqu'à cinq points de mesure par jour, car un pompage du réfractomètre est nécessaire entre deux mesures de pression afin de limiter les effets liés au dégazage.

Les sections 4.3 et 4.4 proposent respectivement une évaluation de la reproductibilité des mesures de pression thermodynamique effectuées avec le réfractomètre, ainsi qu'une comparaison directe entre ce dispositif optique et la balance de pression à piston tournant pour des mesures de pression comprises entre 30 kPa et 100 kPa. Les écarts relatifs moyens des pressions mesurées sont inférieurs à 8 ppm.

À la fin du chapitre (§ 4.5), nous présentons une conclusion générale sur la mesure de la pression thermodynamique de l'azote dans la gamme de 100 Pa à 100 kPa, en procédant à une analyse des paramètres qui limitent la capacité de l'instrument à mesurer des pressions de 100 Pa avec de faibles incertitudes. Ainsi, des solutions et des perspectives pour le développement d'une version améliorée du réfractomètre sont également proposées.

## 4.1. Atténuation de l'effet de l'ilot de chaleur

La mesure de pression statique de l'azote utilisant le Fabry-Perot à simple cavité présente une stabilité de l'ordre du millipascal sur plusieurs minutes après que la stabilisation en température du réfractomètre est établie. Cependant, au bout de quelques heures, une dérive de fréquence se produit, principalement en raison de la contamination du gaz par des impuretés. Ces impuretés peuvent provenir du dégazage des matériaux utilisés, tels que le Zerodur® (entretoise), la silice (miroirs), le cuivre (enceinte) et/ou l'acier inoxydable (tubes). Elles peuvent également provenir de fuites au niveau des raccords ou des instruments, tels que le baromètre (Pace1000), la jauge de pression à vide (de type PKR 251 de la marque Pfeiffer), les micro-fuites et/ou les vannes, ce qui introduit de l'air dans le réfractomètre. Cependant, l'effet des fuites est limité lorsque les mesures se font autour de la pression atmosphérique.

La contamination progressive de l'azote par des impuretés perturbe la composition du gaz, ce qui entraîne une variation de son indice de réfraction, avec pour conséquence une dérive de la fréquence du laser, et donc de la pression mesurée, comme illustré Figure 4.1.

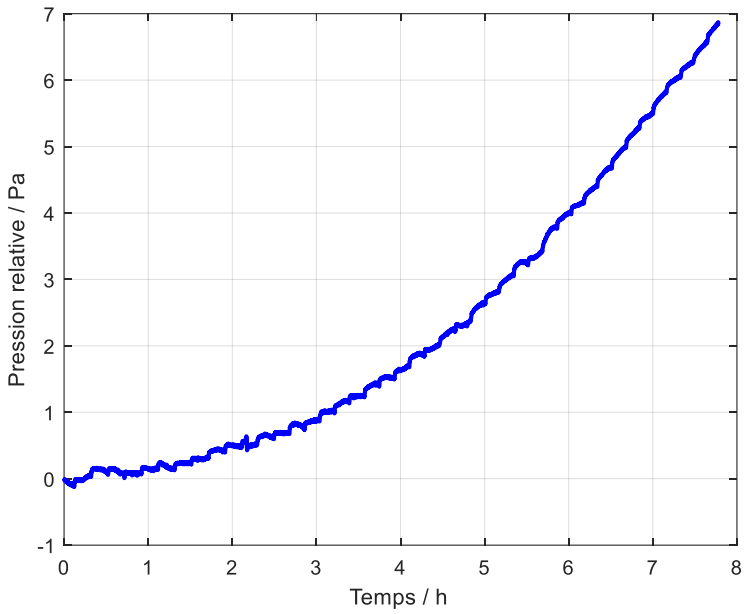


**Figure 4.1.** Evolution dans le temps de la pression relative à la pression initiale mesurée par le réfractomètre à 100 kPa.

La dérive de la mesure de pression de l'azote devient évidente après plus d'une heure de mesure. La méthode la plus efficace pour réduire l'impact du dégazage et des fuites consiste à pomper (purger) le gaz du réfractomètre après chaque mesure de pression qui dure généralement 10 min.

Cependant, l'injection du gaz dans le réfractomètre ainsi que son pompage induisent des perturbations sur la température mesurée, comme le montre la Figure 4.2.

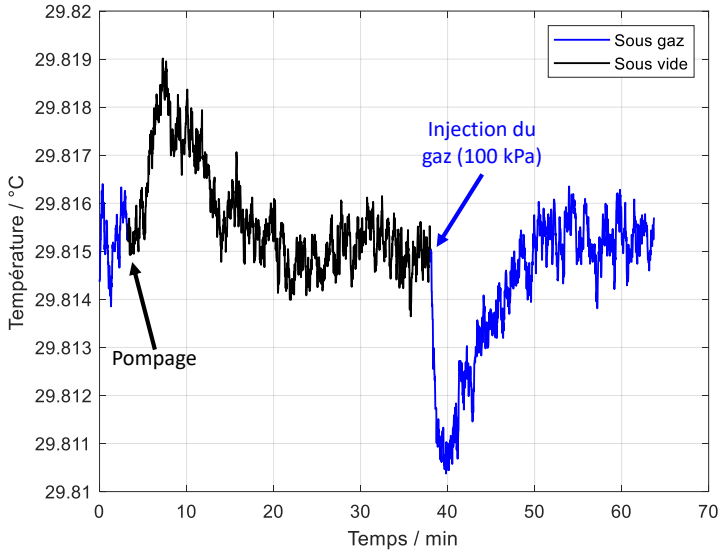


**Figure 4.2.** Variation de température de la sonde Pt25 lors de l'injection et du pompage du gaz sans précaution. Des sauts de température sont observés lors du passage gaz-vide et vide-gaz.

Lors de l'extraction rapide du gaz, sa détente induit une chute de température instantanée, ce qui refroidit les parois de la cavité Fabry-Perot et de l'enceinte en cuivre qui l'entoure. Cette diminution de température détectée par la sonde Pt100 de régulation du couvercle de l'enceinte déclenche la régulation thermique, entraînant ainsi une augmentation de la température de cette enceinte. Cependant, la sonde de température Pt25 de mesure, isolée par une capsule en verre, réagit avec un retard à ces variations. Par conséquent, lorsqu'elle détecte finalement ces changements, elle mesure essentiellement l'augmentation de température induite par la régulation de température du cuivre (début de la partie noire sur la Figure 4.2).

Grâce à la régulation de température, l'enceinte en cuivre revient progressivement à sa température d'avant le pompage, créant ainsi un gradient thermique avec la cavité FP. En effet, l'enceinte et la cavité n'étant pas en contact, le transfert de chaleur se fait principalement par rayonnement suite à l'extraction totale des molécules qui transportent la chaleur. Par conséquent, la cavité FP conserve une température inférieure à celle de l'enceinte en cuivre pendant une longue période, ce qui est connu sous le nom d'effet d'ilot de chaleur [19], comme illustré Figure 4.3 (A).

Lors de l'injection de l'azote à une pression de 100 kPa dans la cavité, malgré l'augmentation de la température due au travail pression-volume ($pV$-work) du gaz, la température de l'enceinte mesurée par la sonde Pt25 chute de 6 mK, comme observé Figure 4.2. Cette baisse de température s'explique par le fait que le gaz se met rapidement à la température du réfractomètre, en raison de la grande capacité thermique de ce dernier par rapport à celle du gaz. La chute de température observée après l'injection du gaz indique qu'avant l'introduction du gaz, un gradient de température d'au moins 6 mK existait entre le FP et les parois de l'enceinte en cuivre.

Après quelques minutes, la régulation de température permet une augmentation de la température du cuivre, qui à son tour chauffe le gaz. Le gaz transfère cette chaleur vers le réfractomètre, rétablissant ainsi l'équilibre thermique dans l'ensemble du système.

Le gradient de température présent sous vide entre la cavité FP et l'enceinte en cuivre induit des incertitudes sur le terme $u(\alpha \cdot \Delta T)$ de l'équation (4.1), et donc sur la mesure de la réfractivité de l'azote. Par conséquent, une diminution de la valeur et de l'incertitude associée à $\Delta T$ permet d'obtenir une mesure de pression avec plus d'exactitude. Ainsi, il est important de minimiser autant que possible l'effet de l'ilot de chaleur.

$$u(\alpha \cdot \Delta T) = \sqrt{\left(\alpha \cdot u(\Delta T)\right)^2 + \left(\Delta T \cdot u(\alpha)\right)^2}, \tag{4.1}$$

Pour y parvenir, il est nécessaire de ne pas amener brusquement l'enceinte en cuivre sous vide. Il est préférable de réaliser un pompage à faible débit et progressif en maintenant d'abord un palier à une pression résiduelle d'environ 1 kPa puis de 100 Pa, pendant une durée de 15 min chacun. Cette approche permet de réduire le gradient de température grâce à la présence d'une quantité de molécules d'azote résiduels pendant les paliers qui contribue au transfert thermique, comme illustré Figure 4.3 (B). Ensuite, le reste du gaz peut être évacué en utilisant les pompes primaire et turbomoléculaire. La faible variation de pression finale induit une variation de température négligeable.

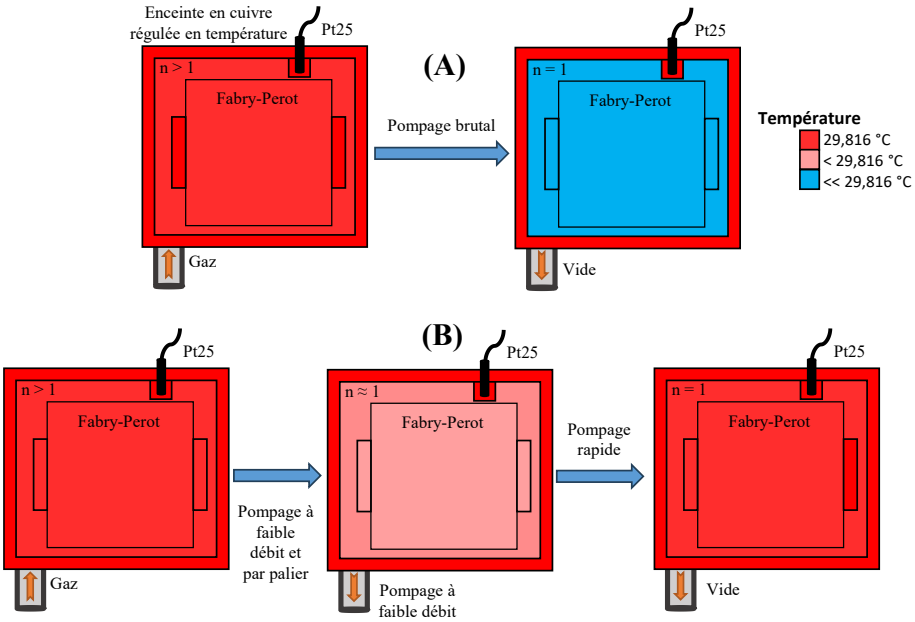


**Figure 4.3.** Procédures de pompage du gaz du réfractomètre – (A) apparition du gradient de température entre le Fabry-Perot et l'enceinte en cuivre lors d'un pompage brutal, (B) atténuation de l'effet de l'ilot de chaleur dans le réfractomètre par un pompage par palier.

En respectant cette procédure, le gradient de température entre l'enceinte en cuivre et la cavité FP a été estimé à moins de 1 mK [19,92].

## 4.2. Procédure de mesure de pression thermodynamique d'un gaz

La procédure complète de mesure de pression de l'azote, à la fois par voie mécanique (balance de référence PG7607) et optique (Fabry-Perot), incluant l'injection et l'extraction du gaz, est schématisée Figures 4.4, 4.5, 4.6 et 4.8.

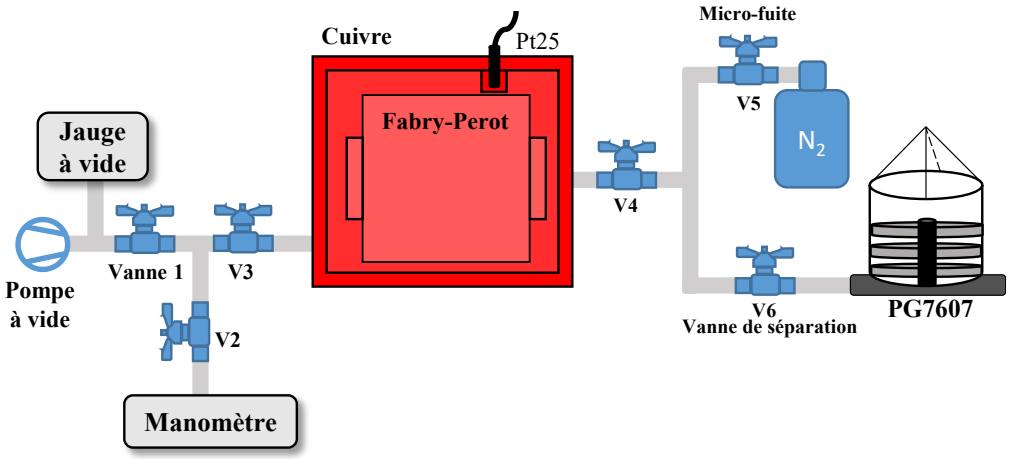


**Figure 4.4.** Configuration expérimentale pour la mesure de pression d'un gaz au LNE-Cnam.

La mesure de pression d'un gaz en utilisant un Fabry-Perot nécessite un état de référence. Pour cela, le réfractomètre est placé sous vide (à une pression de 0,3 mPa, mesuré par la jauge PKR 251 en amont de la Vanne 1) afin de déterminer les paramètres nécessaires au calcul de la réfractivité de ce gaz (*cf.* éq. (2.15)), soit la température $T_0$, la pression $P_0$, le temps $t_0$ de référence, ainsi que la fréquence du laser $\nu_0$ qui est asservie sur le mode $m_0$ de la cavité. Cet état de référence est réalisé expérimentalement en fermant les vannes V2 et V4 (voir Figure 4.5), ce qui permet le pompage du réfractomètre, tout en isolant la balance à piston tournant et le manomètre (non conçu pour fonctionner sous vide).

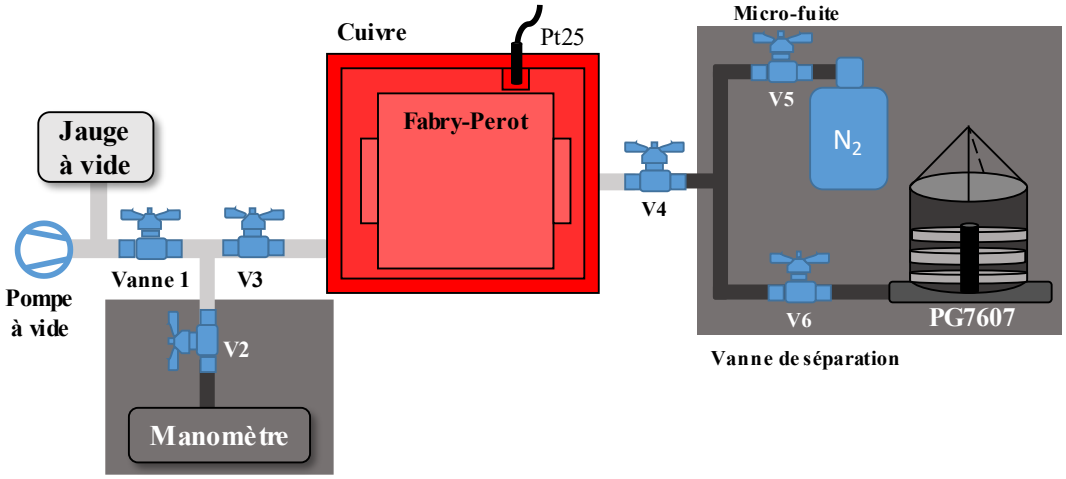


**Figure 4.5.** Configuration expérimentale permettant le pompage du réfractomètre. Les zones en noir indiquent les instruments isolés du reste du système.

Pour interrompre le processus de pompage, la vanne V1 est fermée. Ensuite, la micro-fuite V5 est ouverte pour introduction de l'azote à faible débit dans le réfractomètre, tandis que la vanne V6 est ouverte pour permettre à la balance de stabiliser la pression du gaz, comme illustré Figure 4.6.

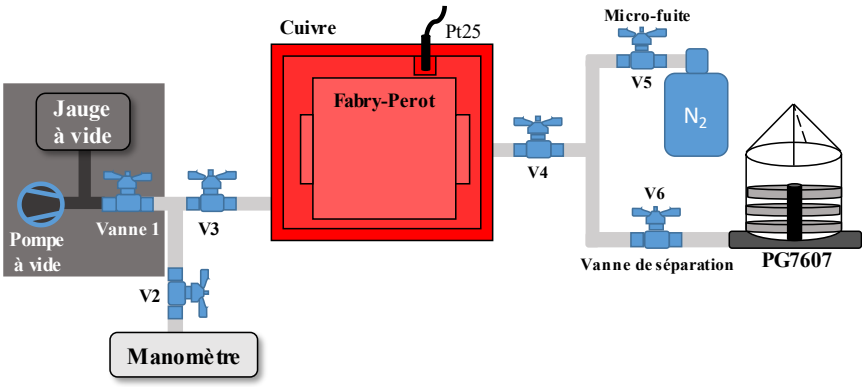


**Figure 4.6.** Configuration expérimentale permettant la stabilisation et la mesure de pression de l'azote.

Lorsque la pression de l'azote atteint la valeur de consigne de la balance, indiquée également par le manomètre, la vanne V5 est fermée. A ce stade, le piston de la balance de pression commence à tourner et à s'ajuster pour stabiliser la pression dans le réfractomètre. Pour avoir une meilleure stabilité de pression, la position du piston est maintenue dans une gamme de $\pm$ 1 cm par rapport à la hauteur de référence.

La mesure de pression par voie optique peut être réalisée une fois que l'équilibre thermique est établi, généralement environ 50 minutes après l'injection du gaz, comme illustré Figure 4.7. La mesure de pression passe par la mesure de fréquence et la variation de cette dernière peut être vu comme une variation d'indice de réfraction causée par la variation de température avec une sensibilité d'environ 500 kHz/mK.

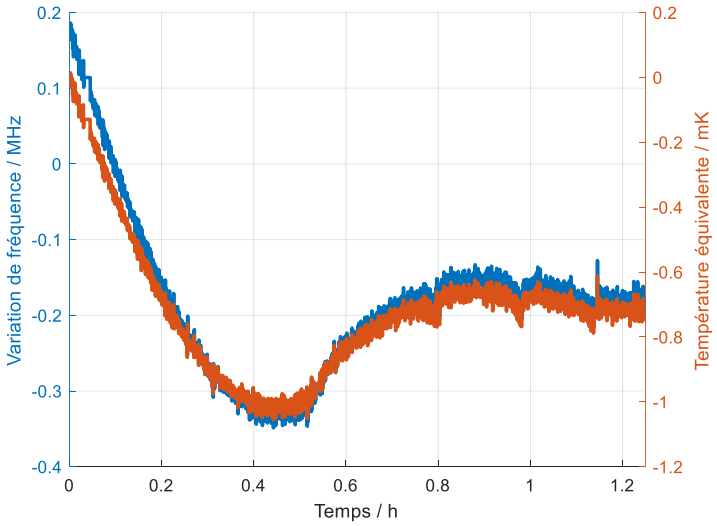


**Figure 4.7.** Variation de fréquence du laser (en bleu) et température équivalente (en orange) après l'injection de l'azote à 100 kPa.

Pour limiter l'impact du dégazage et des éventuelles fuites, la mesure est effectuée en moins de 10 min après avoir atteint la stabilité thermique. Entre deux mesures de pression, l'étape de « rinçage » est essentielle : elle consiste à pomper l'ensemble du système de mesure de pression jusqu'au vide secondaire, conformément à la méthodologie expliquée précédemment pour minimiser l'effet de l'ilot de chaleur (*cf.* Figure 4.5).

Après ce processus de rinçage, la vanne V1 est fermée, tandis que les vannes V2 et V5 sont ouvertes pour introduire l'azote progressivement dans le réfractomètre à une pression proche de celle de la balance (pression indiquée par le manomètre Pace1000). Cependant, il convient de noter que la balance reste isolée du reste du système par la vanne V6, nommée vanne de « séparation », de manière à éviter toute influence de celle-ci sur le réfractomètre, comme le montre la Figure 4.8.

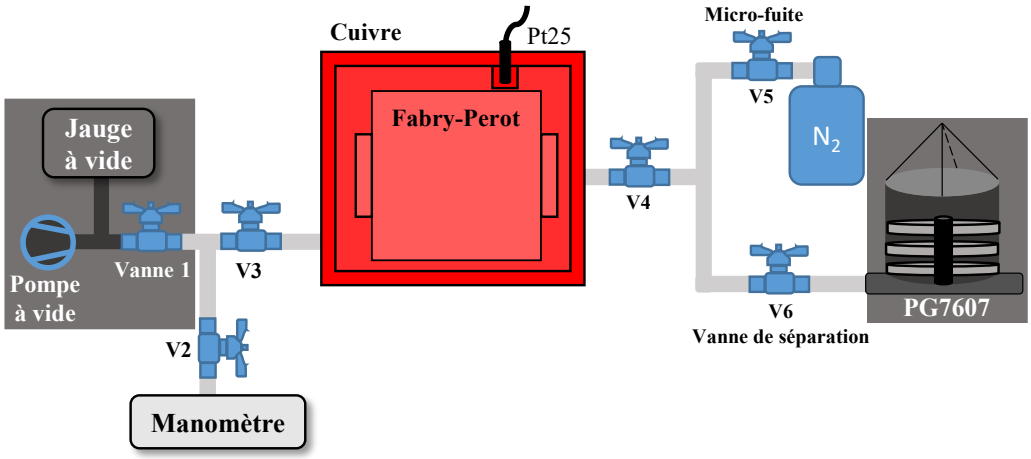


**Figure 4.8.** Isolation de la balance PG7607 par rapport au réfractomètre avant la mesure de pression.

Environ trois quarts d'heure après l'injection du gaz, durée nécessaire pour garantir la stabilité en température du réfractomètre (Figure 4.7), la vanne de séparation V6 est ouverte, permettant ainsi à la balance d'équilibrer la pression sur l'ensemble du système de mesure. Il est alors possible de réaliser à la fois la mesure de pression de l'azote par voie optique et par voie mécanique. A titre d'exemple, lorsque la pression de l'azote est stabilisée à 60 kPa, le résultat de mesure de pression par le réfractomètre FP est illustré Figure 4.9.

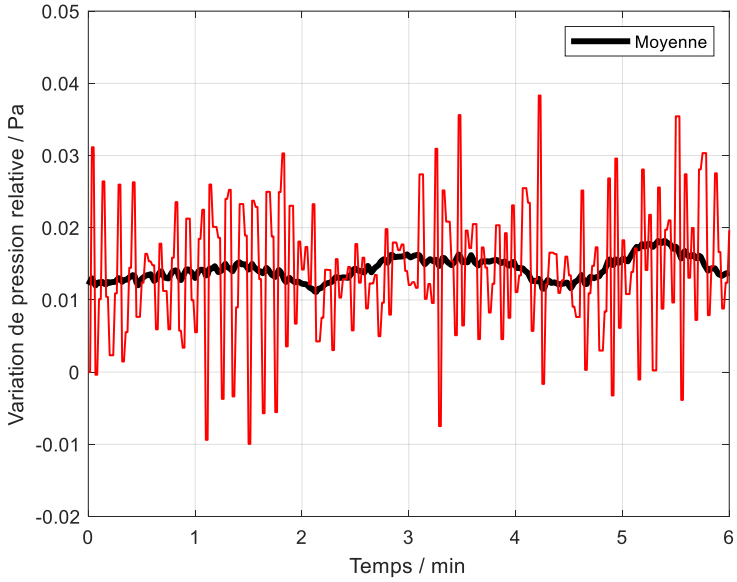


**Figure 4.9.** Variation de la pression statique à 60 kPa, ainsi que sa moyenne sur 40 s.

La balance de pression à piston tournant stabilise la pression de l'azote à 60 kPa dans le réfractomètre FP qui la mesure avec une variation maximale inférieure à 9 mPa et un écart-type de 1,6 mPa sur un temps d'intégration de 40 s, ce qui correspond à 0,03 ppm par rapport à la pression mesurée. Ces niveaux de résolution et de stabilité de mesure surpassent ceux des étalons de pression actuels basés sur la définition mécanique de la pression. En d'autres termes, la stabilité et la résolution de la mesure de pression thermodynamique sont limitées par la stabilité de la pression de la balance, ce qui démontre que le réfractomètre est plus sensible que tout autre instrument de mesure de pression basé sur les méthodes mécaniques dans cette gamme de pression.

## 4.3. Reproductibilité de mesure de pression thermodynamique d'un gaz

Pour évaluer la reproductibilité de la mesure de pression de l'azote par voie optique, il est nécessaire de rétablir des conditions de température et de pression identiques dans le réfractomètre après chaque processus de rinçage. Cette exigence peut être satisfaite en suivant la procédure de mesure de pression et en minimisant l'effet de l'ilot de chaleur, comme expliqué dans les sections précédentes.

La stabilité de la pression de la balance de référence PG7607 est influencée par deux facteurs : la pression résiduelle dans la cloche en verre, mesurée à l'aide d'une jauge modèle SGR-SH700-V3 de chez MKS, ainsi que la variation de température de l'ensemble piston-cylindre. Cependant, tant que les variations maximales de ces deux paramètres restent inférieures à 15 mPa et 10 mK respectivement, la

balance peut garantir une stabilité et une reproductibilité de la mesure de pression autour de 40 mPa pour une pression de 40,015 kPa.

La pression de l'azote, stabilisée par la balance, est mesurée par le réfractomètre, qui est maintenu à une température de 29,816 °C. Cette mesure a été répétée 11 fois sur une période de 7 jours, et les résultats sont présentés Figure 4.10.

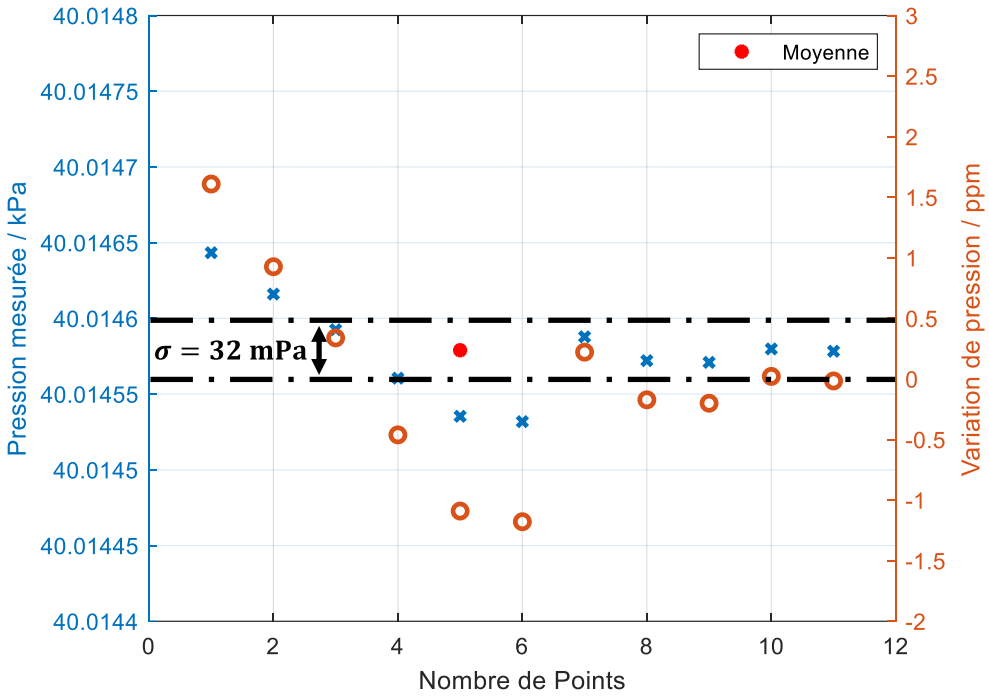


**Figure 4.10.** Reproductibilité de mesure de pression nominale de 40 kPa par voie optique ainsi que sa variation relative.

L'écart-type de cet ensemble de mesures de pression est de 32 mPa, ce qui correspond à un écart-type de 0,8 ppm sur la pression mesurée de 40,0146 kPa. On peut donc conclure que la reproductibilité des mesures de pressions faites par le FP est limitée par celle de la balance de pression.

## 4.4. Comparaison entre les résultats de mesure obtenus avec le Fabry-Perot et la balance de pression PG7607

La validation du réfractomètre FP développé ici pour les mesures de pression d'azote est effectuée par comparaison avec une balance de pression à piston tournant de référence DHI 114 PG7607, dont un bilan d'incertitudes est présenté Tableau 4.1.

| Paramètre | Valeur | Incertitude-type | Contribution à u($p_{PG7607}$) | |
|---|---|---|---|---|
| | | | Terme constant / mPa | Terme proportionnelle à la pression / Pa |
| **Répétabilité** | | | 0,05 | $2{,}0 \times 10^{-6} \cdot p$ |
| **Masses / kg** | | $5 \times 10^{-7}$ | | $5{,}0 \times 10^{-7} \cdot p$ |
| **Masse du piston / mg** | 200 000 | 2,5 | 0,01 | |
| **Masse de la cloche / mg** | 500 000 | 5 | 0,02 | |
| **Section effective à pression nulle et à +20 °C / m²** | $1{,}96 \times 10^{-3}$ | $5{,}5 \times 10^{-8}$ | | $2{,}8 \times 10^{-6} \cdot p$ |
| **Stabilité de la section effective / m²** | $1{,}96 \times 10^{-3}$ | $3{,}7 \times 10^{-9}$ | | $1{,}9 \times 10^{-6} \cdot p$ |
| **Coefficient de déformation / Pa** | $1{,}7 \times 10^{-11}$ | $5{,}4 \times 10^{-13}$ | | $1{,}1 \times 10^{-7} \cdot p$ |
| **Masse volumique de l'air / (kg/m³)** | 1,2 | $2{,}4 \times 10^{-3}$ | | $3{,}0 \times 10^{-7} \cdot p$ |
| **Hauteur de référence / mm** | $< 300$ | 1 | | $1{,}2 \times 10^{-7} \cdot p$ |
| **Incertitude-type** | $\left[(\mathbf{70\ mPa})^2 + \left(\mathbf{3{,}7 \times 10^{-6} \cdot p}\right)^2\right]^{1/2}$ | | | |
| **Incertitude élargie ($k = 2$)** | $\left[(\mathbf{130\ mPa})^2 + \left(\mathbf{8{,}5 \times 10^{-6} \cdot p}\right)^2\right]^{1/2}$ | | | |
| **Utilisation ($k = 2$)** | $\left[(\mathbf{200\ mPa})^2 + \left(\mathbf{9 \times 10^{-6} \cdot p}\right)^2\right]^{1/2}$ | | | |

**Tableau 4.1.** Budget d'incertitude de la balance de pression à piston tournant DHI PG7607.

L'incertitude associée à la balance de pression à pistant tournant est donc établie à $\mathbf{0{,}2\ Pa + 9 \times 10^{-6} \cdot p}$.

La comparaison des mesures de pression de l'azote entre le FP et la balance PF7607 a été réalisée sur une période d'environ deux semaines, couvrant une gamme de pression allant de 30 kPa à 100 kPa. La balance de pression a été utilisée à la fois pour stabiliser la pression du gaz à l'intérieur du réfractomètre et pour mesurer sa valeur avec de faibles incertitudes.

Comme mentionné précédemment, afin d'assurer la stabilité et la répétabilité de la pression du gaz, le positionnement du piston de la balance a été contrôlé afin de le maintenir dans un intervalle de $\pm$ 1 cm par rapport à la position de référence, garantissant ainsi une rotation sans frottement avec le

cylindre. Pour chaque mesure de pression par méthode mécanique, la température de l'ensemble piston-cylindre et la pression résiduelle dans la cloche doivent être mesurée (éq. (3.8)). Le protocole de mesure de la pression statique d'un gaz décrit précédemment est rigoureusement suivi afin de garantir des conditions de mesure de la pression identiques sur l'ensemble de la gamme de mesure. En raison du temps requis, à la fois, pour effectuer le processus de rinçage et pour atteindre la stabilité en température du réfractomètre après l'introduction du gaz, le nombre de mesures par jour est limité à cinq.

Les résultats de la comparaison sont présentés Figure 4.11, où sont tracés l'écart relatif (Figure 4**.11** (a)) et l'écart absolu (Figure 4.11 (b)) entre la pression mesurée par le réfractomètre et celle mesurée par la balance de référence en fonction de la pression.

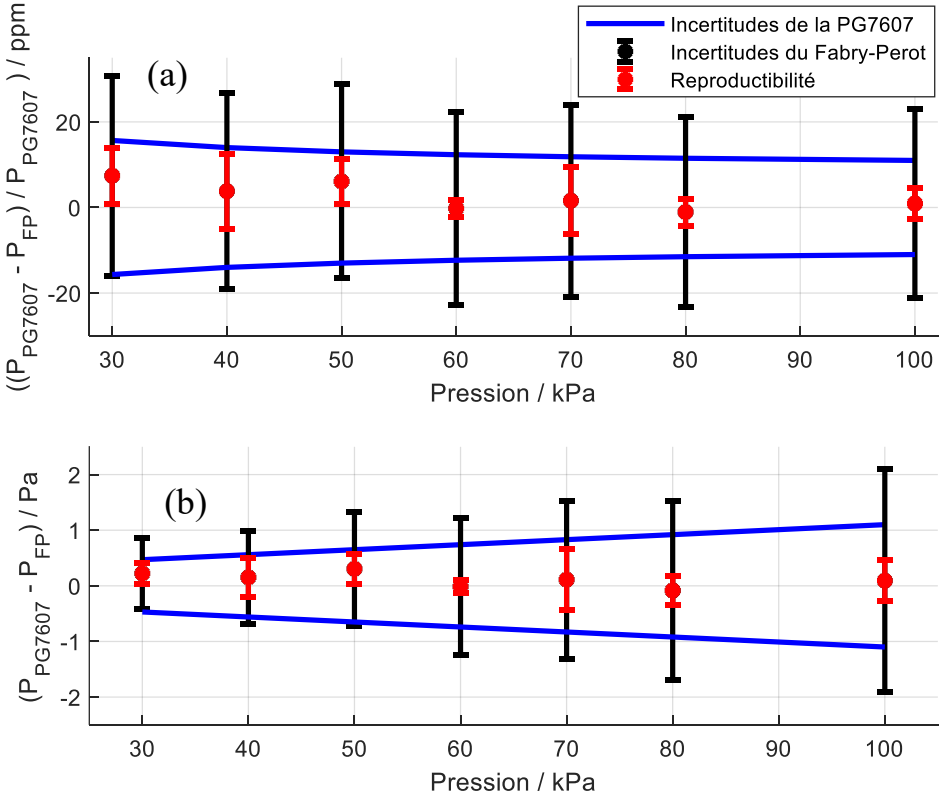


**Figure 4.11.** Ecart relatif (a) et absolu (b) entre la pression mesurée par le réfractomètre $P_{FP}$ et la balance de référence $P_{PG7607}$.

La reproductibilité des mesures de pression par voie optique dans la gamme de pression étudiée reste inférieure à l'incertitude de la balance de pression ($k = 2$). Ainsi, tant que la stabilité de la pression du gaz est assurée, la mesure de pression par le réfractomètre est reproductible, à moins que $2{,}7 \times 10^{-6} \cdot p$ sur l'ensemble de la gamme.

La moyenne des écarts relatifs de mesure de pression ne dépasse pas ici 8 ppm et reste dans l'intervalle de l'incertitude associée à la balance de pression, ce qui confirme la fiabilité et l'exactitude de mesure de pression par voie optique.

Cependant, l'incertitude associée au réfractomètre est légèrement supérieure à celle liée à la balance de pression de référence, à moins que 1,1 Pa à 100 kPa ($k = 2$). À mesure que la pression du gaz diminue, cette différence décroît atteignant 0,4 Pa à 30 kPa. Quoi qu'il en soit, dans le cas présent, l'écart relatif ne dépasse pas 14,5 ppm ($k = 2$).

Pour des pressions inférieures à 30 kPa, des problèmes techniques liés à la balance de pression ont été rencontrés. Par conséquent, pour élargir cette étude aux pressions les plus basses, d'autres instruments adaptés ayant de faibles incertitudes doivent être utilisés, comme le FPG et le CDG. Dans ces gammes de mesure, de nouveaux défis se présenteront en ce qui concerne la mesure de pression par voir optique, tels que la dilatation thermique du réfractomètre et l'incertitude sur la mesure de température sous vide, ainsi que les problèmes de dégazage et de fuites. Une autre complexité à prendre en considération dans ces gammes concerne la différence de température entre le réfractomètre et l'instrument mécanique, qui nécessite une correction de pression non linéaire due à la transpiration thermique, estimée à environ 15 mPa pour une pression de 100 Pa. Cependant, l'incertitude associée à cette correction est inférieure à 10 % [8,10].

## 4.5. Conclusion sur la mesure de pression statique

La capacité du réfractomètre Fabry-Perot à effectuer des mesures reproductibles de la pression thermodynamique de l'azote est rendue possible grâce à une stabilité sub-millikelvin de la température sur une période de plusieurs jours. Cela garantit à la fois la stabilité de la température du gaz (et donc de sa réfractivité), ainsi que la longueur physique du réfractomètre, évitant ainsi toute dilatation qui pourrait biaiser la mesure de pression.

La mesure des paramètres intrinsèques de la cavité Fabry-Perot, ainsi que l'extrapolation des coefficients du viriel de l'azote à la température et à la longueur d'onde d'intérêt, ont permis d'établir un bilan d'incertitude complet de la mesure de pression thermodynamique de l'azote entre 100 Pa et 100 kPa.

Autour de la pression atmosphérique, cette incertitude est dominée par celle du coefficient de déformation mécanique de la cavité. La mesure de ce paramètre par la méthode des deux gaz devrait réduire son incertitude d'un ordre de grandeur. Dans cette gamme de pression, il est également nécessaire d'améliorer les incertitudes du deuxième coefficient du viriel de densité de l'azote, de sa réfractivité molaire et de la mesure de la température (dominée par l'incertitude de l'étalonnage). Des pistes pour mener à bien ces améliorations sont données dans les chapitres précédents ainsi que dans la conclusion générale du mémoire.

A basse pression, les paramètres qui dégradent l'incertitude sur la mesure de pression thermodynamique sont le dégazage, la différence de température entre l'état de référence et l'état de mesure, ainsi que la valeur et l'incertitude associées au coefficient de dilatation thermique de la cavité.

Ces travaux indiquent qu'il est possible à l'avenir, grâce à une meilleure évaluation de la déformation de la cavité Fabry-Perot, de la connaissance des coefficients du viriel de l'azote à 532 nm, ainsi qu'à une amélioration générale du système de pompage et de mesure de température, de faire fonctionner le système avec une incertitude équivalente aux balances de pression autour de la pression atmosphérique et d'améliorer les incertitudes actuelles pour des pressions plus faibles.

# Cinquième partie :
# Application de la réfractométrie à la mesure de pression acoustique

Sommaire


**5. Application de la réfractométrie à la mesure de pression acoustique** ..... 106

**5.1. Pression acoustique et grandeurs associées** ..... **109**

5.1.1. Spécificités des grandeurs acoustiques basses et très basses fréquences ..... 109

5.1.2. Pression acoustique et variation de température en cavité fermée ..... 110

5.1.3. Relation entre fréquence optique, et pression et température acoustiques ..... 115

**5.2. Dispositif expérimental : choix techniques et étalonnage** ..... **116**

5.2.1. Cavité Fabry-Perot utilisée au LNE-Cnam pour la mesure de pression acoustique ..... 117

5.2.2. Sensibilités en pression et en température du réfractomètre ..... 119

5.2.3. Génération et mesure de pression acoustique ..... 120

**5.3. Validation du réfractomètre par comparaison avec deux capteurs de référence** ..... **120**

# 5. Application de la réfractométrie à la mesure de pression acoustique

L'étude de propagation acoustique très basses fréquences et infrasonore longues distances fait partie des outils aujourd'hui utilisés pour prévoir certaines catastrophes naturelles telles que les tsunamis, les tremblements de terre et les éruptions volcaniques [93], mais aussi surveiller certaines activités humaines sensibles, notamment liées aux exigences de l'Organisation du Traité d'Interdiction Complète des Essais nucléaires (OTICE) [94]. Ainsi, à un réseau mondial de capteurs dédiés chacun à des gammes de fonctionnement spécifiques est déployé à travers le globe. Si les microphones capacitifs sont des capteurs adaptés pour des mesures acoustiques audibles, dans le domaine infrasonore, ce sont des capteurs électrodynamiques appelés microbaromètres qui sont utilisés [95]. Ceux-ci sont cependant assez sensibles au vieillissement et leur utilisation peut donc poser question pour une implantation *in situ* à long terme.

Ces transducteurs électroacoustiques peuvent être étalonnés à l'aide de **méthodes d'étalonnage directes**, où une pression acoustique connue est appliquée au dispositif à tester. Ces méthodes sont souvent limitées par la nécessité d'avoir un transducteur étalonné pour déterminer la pression appliquée. Pour surmonter cette limitation, des **méthodes d'étalonnage indirectes** ont été développées, telles que la **méthode de réciprocité de pression**, définie dans la norme 61094-2:2009 de la Commission Electrotechnique Internationale (CEI) [96]. Cette méthode est largement adoptée à l'échelle mondiale et bénéficie de la reconnaissance du BIPM. A noter également que l'étalon primaire en acoustique est matérialisé par un modèle particulièrement stable de microphone capacitif appelé microphone étalon de laboratoire. Ainsi, la traçabilité au SI de toutes mesures acoustiques implique qu'elles soient reliées à ces étalons primaires.

La méthode de réciprocité pour l'étalonnage en pression de microphones étalons de laboratoire permet de déterminer leur sensibilité et leur réponse en fréquence à un champ de pression uniforme appliqué sur leur membrane. Elle exploite le fait que ces microphones capacitifs sont des transducteurs réciproques, conservant donc leurs caractéristiques respectives qu'ils soient utilisés en récepteurs ou en émetteur. Dans cette méthode, deux microphones, l'un utilisé en émetteur et l'autre en récepteur, sont couplés acoustiquement par une cavité fermée de forme géométrique simple (généralement cylindrique). La mesure de l'impédance de transfert électrique entre les deux microphones, corrigée de l'admittance de transfert acoustique dans la cavité (calculée entre les deux membranes de microphones) permet de déterminer le produit des sensibilités des deux microphones, en module et en phase en fonction de la

fréquence. Ainsi, en utilisant trois microphones couplés deux à deux, la même procédure peut être appliquée pour déterminer trois produits de sensibilités indépendants, qui conduisent directement aux sensibilités individuelles de chaque microphone sans qu'une mesure directe de pression acoustique n'ait été nécessaire [97]. Cette méthode fournit la meilleure incertitude de mesure accessible sur toute la gamme de fréquences audible (20 Hz – 20 kHz). Cependant, certains verrous limitent l'extension de cette méthode aux fréquences infrasonores avec le niveau d'incertitudes requis pour un étalonnage primaire. En effet, si la viscosité de l'air limite fortement le passage d'ondes acoustiques par de petits interstices (fentes, trous), l'étanchéité est un élément critique pour le dispositif d'étalonnage aux très basses fréquences et en infrasons, celle-ci ne pouvant mécaniquement être assurée que par des contacts directs et non des joints ou systèmes de serrages.

Afin de développer d'autres méthodes d'étalonnage dans le domaine des infrasons, des améliorations ont été apportées au **pistonphone**. Dans ce dispositif, la pression acoustique est générée à l'intérieur d'un volume scellé par un piston en mouvement harmonique, dont le déplacement est connu. Lorsque ce déplacement est déterminé par une méthode d'interférométrie, ce dispositif est désigné sous le nom de « pistonphone laser » [98,99]. Cependant, cette méthode, qui repose sur une modélisation fine de l'enceinte de génération de pression, est limitée à mesure que la fréquence baisse, principalement, ici encore, en raison de problème d'étanchéité.

Outre le fait que ces méthodes d'étalonnage ne sont pas adaptées aux fréquences infrasonores inférieures à 2 Hz, l'étalonnage primaire dans cette gamme n'a été exploré que récemment, et ne figure pas dans la base de données des CMC gérée par le BIPM. Conscient de ces défis, le Comité Consultatif de l'Acoustique, des Ultrasons et des Vibrations (CCAUV) du BIPM a mis en évidence, dans son récent document stratégique couvrant la période 2021-2031 [100], l'importance d'établir une traçabilité aux très basses fréquences acoustiques jusqu'à 20 mHz [99].

Enfin, il est à noter que ces méthodes visent, quoi qu'il en soit, à étendre la gamme de fréquences sur laquelle il est possible d'étalonner un microphone capacitif. Ce capteur demeure cependant intrinsèquement conçu, acoustiquement et électriquement, pour filtrer la pression statique. Un trou d'égalisation de pression pratiqué dans le corps du microphone assure la protection de sa membrane contre des surpressions et restreint donc physiquement le capteur à mesurer une différence de pressions appliquées de chaque côté de sa membrane. Par ailleurs, le conditionneur de microphones capacitifs comporte nécessairement une capacité de découplage assurant le filtrage de la composante continue liée à l'alimentation électrique du capteur. L'ensemble de ces éléments ne permet généralement pas d'utiliser un microphone en dessous de quelques hertz, en fonction des modèles. Si il reste possible d'obturer le trou d'égalisation de pression et de modifier ou ôter la capacité de découplage du circuit de conditionnement afin d'étendre la bande passante d'un microphone vers le bas [95,101], il n'en reste

pas moins que le concept même d'un microphone s'accommode mal d'une grandeur physique dynamique se situant à la limite d'une grandeur statique.

Dans cette perspective, le développement de capteurs et techniques de mesure alternatives aux microphones pour l'acoustique très basses fréquences et infrasonore serait un pas en avant pour enfin d'établir un lien entre les domaines quasi-statique et acoustique en apportant de nouveaux étalons primaires dans la gamme qui n'est pas encore couverte par les capacités d'étalonnage des différents LNM [95].

Face à ces besoins et fort de l'expertise développée dans ce domaine, le LNE-Cnam a exploré une nouvelle approche basée sur l'utilisation d'un réfractomètre de type Fabry-Perot. Un apport fondamental de cette méthode est qu'elle permet la mesure de pression thermodynamique et assure une traçabilité directe à l'unité de pression plutôt qu'à des grandeurs électriques, elles-mêmes déduites de mesures de pression mécanique exercée sur une membrane, comme c'est le cas pour les microphones et microbaromètres.

Des méthodes optiques ont récemment été développées, reposant sur des principes physiques similaires, mais plutôt dédiés à des gammes de fréquences audibles et ultrasonores [102,103].

Ainsi, l'objet de ce chapitre est de présenter une étude de faisabilité sur l'utilisation d'un réfractomètre de type Fabry-Perot comme capteur optique de pression acoustique dans l'air, sur une gamme de fréquences allant de 40 mHz à 1,5 Hz [104].

La première section de ce chapitre (§ 5.1) pose les relations entre différentes grandeurs associées au mouvement acoustique en fluide léger, qui ne se limitent pas à une variation de pression. Une relation est ensuite établie dans le réfractomètre FP entre ces grandeurs oscillantes et les variations de fréquence du laser, asservie sur une résonance de la cavité.

La section 5.2 a pour objectif de présenter en détail le dispositif expérimental utilisé pour générer les ondes acoustiques, ainsi que pour les mesurer à l'aide d'instruments de référence en vue de valider expérimentalement le système optique développé. Le dispositif utilisé ici, s'il repose sur les mêmes principes que celui développé pour des mesures de pression statique dans un gaz pur (*cf.* § 3.1), comporte aussi des différences notables avec celui-ci, compte-tenu de diverses contraintes qui sont détaillées dans cette même section.

La section 5.3 est consacrée à l'analyse des résultats de mesure et à la validation expérimentale du réfractomètre Fabry-Perot conçu pour la mesure de pression acoustique dans l'air. Enfin, les potentialités d'utilisation d'un réfractomètre FP comme capteur acoustique sont également discutées, ainsi que des perspectives de développements futurs.

Ce travail a été financé par le projet européen 19ENV03 Infra-AUV, et a été mené en collaboration avec le CEA-DAM, qui manifeste un intérêt pour le développement d'un capteur optique de terrain pour répondre à leurs besoins spécifiques.

## 5.1. Pression acoustique et grandeurs associées

### 5.1.1. Spécificités des grandeurs acoustiques basses et très basses fréquences

Même si la grandeur physique associée à la pression acoustique demeure une pression (exprimée en Pa), elle présente un certain nombre de spécificités par rapport à une pression statique qui justifient les choix techniques et théoriques effectués par la suite.

Dans un fluide léger comme l'air, une onde acoustique est une onde mécanique essentiellement de compression. Il en résulte donc une « petite » variation de pression, notée $\tilde{p}$, qui se propage de proche en proche et se superpose à la pression atmosphérique (supposée statique) $P_s$, de sorte que la pression totale de l'air $P_a$ peut s'écrire sous la forme [103] :

$$P_a = P_s + \tilde{p} \cdot \tag{5.1}$$

Une mesure de pression acoustique peut donc se ramener à une mesure de pression relative par rapport à la pression atmosphérique, avec la difficulté que cette variation est de très faible amplitude et nécessite donc un capteur de pression ayant une très grande résolution. A noter, afin de fixer les ordres de grandeur concernant ces « petites » variations de pression, que le seuil d'audition de l'oreille humaine à 1 kHz est établi à $2 \times 10^{-5}$ Pa et le seuil de douleur à 20 Pa (valeurs efficaces) autour de la pression atmosphérique (soit environ $10^5$ Pa).

Par ailleurs, chaque volume infinitésimal d'air (particule) soumis à une variation locale de pression $\tilde{p}$ subit également un déplacement, caractérisé par une vitesse particulaire $\vec{v}$. Enfin, à la variation de pression $\tilde{p}$ est nécessairement associée une variation de masse volumique et une variation de température, notée $\tilde{\tau}$, autour de la température ambiante (statique) $T_s$. Les équations linéaires de l'acoustique reliant ces variables sont [105] :

- **l'équation de Navier-Stokes (équation fondamentale de la dynamique) ;**
- **l'équation de conservation de la masse (compressibilité du fluide) ;**
- **l'équation de Fourier (conduction de la chaleur)**.

De manière générale, la variation de pression $\tilde{p}$ associée à l'onde acoustique est donc par nature une grandeur variable dans le temps et l'espace. Cependant, la gamme de fréquences d'intérêt dans ce travail étant dans le domaine infrasonore, *i.e.* fréquences inférieures à 20 Hz, les longueurs d'ondes associées demeurent supérieures à environ 17 m, ce qui suffit pour justifier l'hypothèse d'un **champ de pression acoustique uniforme** à l'intérieur de la cavité FP utilisée, ainsi que dans l'ensemble du système de mesure mis en œuvre en vue de valider l'usage d'un réfractomètre FP comme capteur de pression acoustique dans le domaine infrasonore. La pression acoustique étant ici considérée comme uniforme, l'équation de Navier-Stokes impose que la vitesse particulaire est nulle en tout point du système de mesure.

Par ailleurs, bien qu'il soit question ici de mesurer des pressions variables, le travail dans une gamme infrasonore permet largement de considérer négligeables les constantes de temps du système de mesure optique devant les périodes acoustiques qui sont supérieures à 50 ms dans le cas présent.

### 5.1.2. Pression acoustique et variation de température en cavité fermée

Comme vu précédemment (§ 1.2), la mesure de pression d'un gaz par réfractométrie nécessite également une connaissance de la température moyenne du gaz le long du faisceau laser. Cependant les constantes de temps de capteurs de température à contact, comme des sondes à résistance de platine utilisées pour travailler en régime statique (§ 3.2), sont beaucoup trop longues pour travailler en régime dynamique. Une mesure directe de la variation de température $\tilde{\tau}$ n'est donc pas envisageable ici et l'objet de ce paragraphe est de proposer une relation entre variation de pression $\tilde{p}$ et variation de température $\tilde{\tau}$, reposant sur une modélisation analytique validée, dont le détail est disponible dans les références [95,97,106] et qui a récemment fait l'objet d'un amendement à la norme CEI 61094-2 sur l'étalonnage absolu de microphones étalons de laboratoire [107].

Le domaine d'étude $\mathcal{D}$ considéré ici est la cavité Fabry-Perot, supposée être un cylindre parfait de rayon $a$ et de longueur $L$. Dans ce domaine axisymétrique, les coordonnées de l'espace sont décrites par $\vec{r} = (r, z)$.

En l'absence de sources de chaleur dans ce domaine, l'équation de Fourier permet de relier variation de pression $\tilde{p}$ et variation de température $\tilde{\tau}$, supposée causale, comme suit

$$\left(\frac{\partial}{\partial t} - \alpha_T \Delta\right) \tilde{\tau}(\vec{r}, t) = \frac{\gamma_h - 1}{\beta_h \gamma_h} \frac{\partial \tilde{p}}{\partial t} \quad \text{pour } \vec{r} \in \mathcal{D}, t \geq 0, \tag{5.2}$$

où, $\gamma_h$ est le rapport des capacités thermiques spécifiques, $\alpha_T$ la diffusivité thermique de l'air ambiant et $\beta_h$ est le taux d'accroissement de pression par unité d'accroissement de température à volume constant. En l'absence de parois, cette équation peut se simplifier comme suit

$$\tilde{\tau} \approx \frac{\gamma_h - 1}{\beta_h \gamma_h} \tilde{p} \cdot \tag{5.3}$$

Dans ces conditions, le mouvement acoustique suit un processus adiabatique et la variation de température est donc directement proportionnelle à la variation de pression. Dans le cas présent, le mouvement acoustique prend place dans un domaine confiné par des parois solides, les transferts de chaleur entre l'air et celles-ci n'ayant pas le temps de s'opérer au cours d'un cycle acoustique. Ainsi, les conditions aux frontières isothermes et la condition initiale (causalité) associées à l'équation (5.3) sont :

$$\tilde{\tau}(r,z,t) = 0, \quad \text{pour } r = a, z = 0, z = L \text{ et } t \geq 0, \tag{5.4a}$$

$$\tilde{\tau}(r,z,t) = 0, \quad \text{pour } r \in (0,a), z \in (0,L) \text{ et } t = 0 \cdot \tag{5.4b}$$

La solution générale du problème temporel (5.2, 5.4ab) peut être écrite sous la forme d'un produit de convolution sur la variable $t$ du second membre de (5.2) avec la fonction de Green $g(r,z,t)$ (réponse impulsionnelle du système) solution du problème suivant [97] :

$$\left(\frac{\partial}{\partial t} - \alpha_T \Delta\right) g = \delta(t) \quad \text{pour } r \in (0,a), z \in (0,L) \text{ et } t \geq 0, \tag{5.5a}$$

$$g = 0, \quad \text{pour } r = a, z = 0, z = L \text{ et } t \geq 0 \cdot \tag{5.5b}$$

D'après les références [95,97,106], la solution du problème (5.5ab) dans un domaine cylindrique peut être écrite sous la forme

$$g(r,z,t) = \frac{4}{\pi} \sum_{m=0}^{+\infty} \sum_{n=1}^{+\infty} \frac{2}{\xi_n} \frac{1}{2m+1} \frac{J_0(\xi_n r/a)}{J_1(\xi_n)} \sin \frac{(2m+1)\pi z}{L} \exp\left[\alpha_T t \left[\frac{\xi_n^2}{a^2} + \frac{(2m+1)^2 \pi^2}{L^2}\right]\right], \tag{5.6}$$

où les $J_\upsilon$ désignent les fonctions de Bessel cylindriques d'ordre $\upsilon$, les valeurs propres $\xi_n$ les racines de rang $n$ de $J_0(\xi_n) = 0$.

La solution du problème (5.5ab) pour la variation de température $\tilde{\tau}$ est alors donnée par

$$\tilde{\tau}(r,z,t) = g(r,z,t) * \frac{\gamma_h - 1}{\beta_h \gamma_h} \frac{\partial \tilde{p}}{\partial t}, \tag{5.7}$$

où $*$ désigne le produit de convolution temporel.

Considérant un mouvement harmonique $e^{j\omega}$ (pulsation $\omega$), l'équation (5.7) peut être réécrite dans le domaine de Fourier comme suit

$$\tilde{\tau}(r,z,\omega) = j\omega \frac{\gamma_h - 1}{\beta_h \gamma_h} \tilde{p}(\omega) g(r,z,\omega), \tag{5.8}$$

où, pour des commodités de notations, les noms de variables sont conservés inchangés. Ainsi, dans la suite de ce chapitre, toutes les variables sont considérées en régime harmonique.

En insérant (5.6) dans (5.8), il vient alors, tous calculs faits,

$$\tilde{\tau}(r,z,t) = \frac{\gamma_h - 1}{\beta_h \gamma_h} \tilde{p} \sum_{m=0}^{+\infty} \sum_{n=1}^{+\infty} \frac{4}{\pi} \frac{F_{mn}}{\xi_n \left(m + \frac{1}{2}\right)} \frac{J_0\left(\xi_n \frac{r}{a}\right)}{J_1(\xi_n)} \sin \frac{(2m+1)\pi z}{L}, \tag{5.9}$$

avec

$$F_{mn} = \frac{1}{1 + \frac{\alpha_T}{j\omega} \left(\frac{2}{L}\right)^2 \left[\xi_n^2 \left(\frac{L}{2a}\right)^2 + \left(m + \frac{1}{2}\right)^2 \pi^2\right]}. \tag{5.10}$$

L'expression (5.9) indique donc que, si le champ de pression acoustique peut être considéré comme uniforme dans tout le volume de la cavité FP, ce n'est pas le cas du champ de variation de température (*cf.* infra). Par ailleurs, il est visible dans l'expression (5.10) du facteur $F_{mn}$ que la répartition spatiale de $\tilde{\tau}$ dépend de la fréquence acoustique. A titre d'illustration, une représentation du champ de température $\tilde{\tau}(r,z)$ obtenu à partir des équations (5.9) et (5.10) dans un quart d'une cavité cylindrique de 11 mm de rayon et 100 mm de longueur est proposée Figure 5.1.

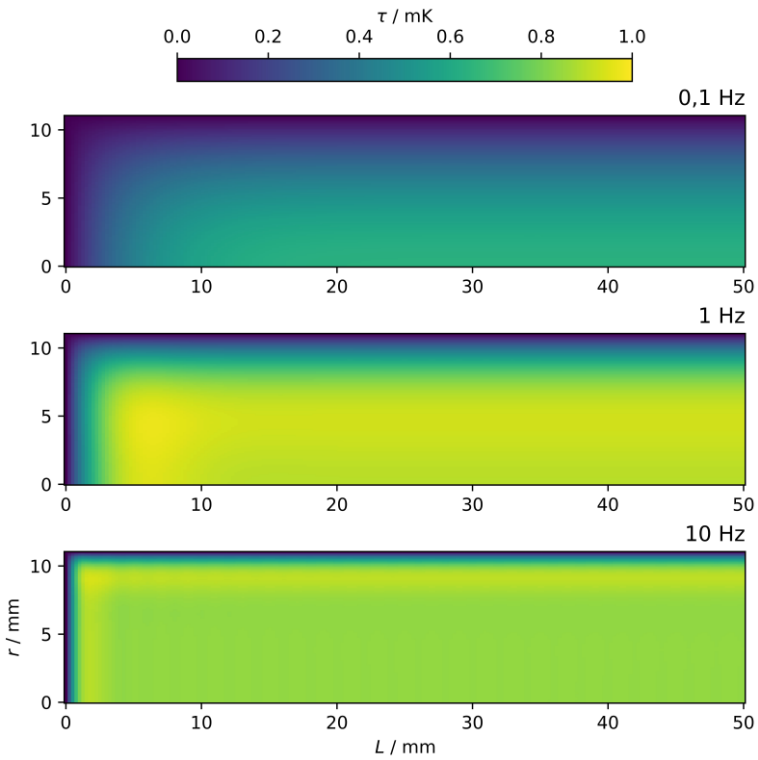


**Figure 5.1.** Champ de variation de température lié à un champ acoustique uniforme (amplitude de 1 Pa) dans l'air (représentation sur un quart de la cavité cylindrique).

Un réfractomètre étant sensible aux valeurs de pression mais aussi aux variations de température le long de l'axe optique de la cavité cylindrique, la Figure 5.1 met en évidence plusieurs éléments à prendre en compte pour effectuer des mesures de pression acoustique par réfractométrie.

a. Aux plus basses fréquences, la paroi solide impose une variation de température quasi-nulle à l'air contenu dans toute la cavité FP. La variation de pression dans la cavité s'opère donc dans des conditions quasi-isothermes.

b. A partir d'environ 1 Hz, la répartition spatiale du champ de variation de température met en évidence une zone de l'espace localisée au voisinage de la paroi où apparaît un fort gradient de température. Cette zone est appelée couche limite thermique et son épaisseur $\delta_h$, dépendant de la fréquence, est classiquement exprimée comme suit

$$\delta_h = \sqrt{2\,{}^{\alpha_T}/_{\omega}}\,. \tag{5.11}$$

c. Bien que les couches limites thermiques deviennent minces avec l'augmentation de la fréquence, le faisceau laser reste sensible aux gradients de température sur les extrémités de la cavité (miroirs). A titre d'exemple, à une fréquence de 10 Hz, le gradient de température lié à une pression acoustique de 1 Pa est de 0,8 mK, ce qui correspond à un écart significatif de pression de 0,27 Pa, ce qui justifie pleinement la prise en compte des effets thermiques le long du faisceau laser lors de l'analyse de données.

Ainsi, la valeur moyenne de la variation de température sur le volume du faisceau laser (rayon $a_l$, longueur $L$) est donnée par

$$\langle\tilde{\tau}\rangle_l = \frac{1}{\pi a_l^2 L}\int_0^{2\pi}\int_0^{a_l}\int_0^{L}\tilde{\tau}(r,z,\omega)r\,\mathrm{d}r\,\mathrm{d}z\,\mathrm{d}\theta, \tag{5.12}$$

soit, en remplaçant $\tilde{\tau}(r,z,\omega)$ par son expression (5.9) et en remarquant que $\beta_h \approx \frac{P_s}{T_s}$ :

$$\frac{\langle\tilde{\tau}\rangle_l}{T_s} = \frac{\gamma_h - 1}{\gamma_h}E_{Pl}\frac{\tilde{p}}{P_s}, \tag{5.13}$$

où le terme correctif $E_{P\ell}$ s'écrit

$$E_{Pl} = \sum_{m=0}^{+\infty}\sum_{n=1}^{+\infty}\frac{8}{\pi^2}\frac{a}{a_l}\frac{F_{mn}}{\xi_n^2\left(m+\frac{1}{2}\right)^2}\frac{J_1\left(\xi_n\,\frac{a_l}{a}\right)}{J_1(\xi_n)}\,. \tag{5.14}$$

Ainsi, ce terme correctif dépend de :

- la fréquence de l'onde acoustique ;
- la forme et des dimensions de la cavité FP ;
- la position du faisceau laser dans la cavité et de son diamètre.

A noter que le terme $E_{Pl}$ (complexe) inclut également la notion de déphasage entre les variations de pression et de température. Dans un espace infini, le facteur $E_{Pl}$ tend vers 1, ce qui permet de retrouver l'expression (5.3) décrivant la relation entre variations de pression et de température dans le cas d'une transformation adiabatique.

L'évolution du facteur $E_{Pl}$ en fonction de la fréquence pour une même cavité cylindrique que précédemment (Figure 5.1) est représentée en amplitude et en phase Figure 5.2.

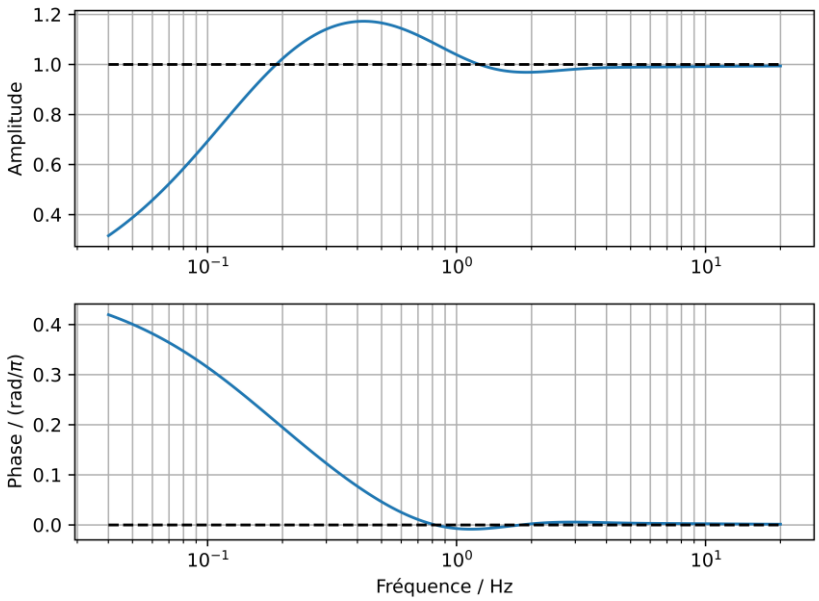


**Figure 5.2.** Evolution du facteur correctif sur les variations de température acoustique en fonction de la fréquence dans une cavité cylindrique.

Comme attendu, le facteur $E_{Pl}$ tend vers zéro aux plus basses fréquences (processus isotherme) et rend bien compte d'un mouvement acoustique en régime quasi-adiabatique aux fréquences les plus hautes de la gamme de fréquence, pour les dimensions de la cavité FP considérée (*cf.* équation (5.3)). Par ailleurs, l'amplitude de $E_{Pl}$ présente ici un maximum local à environ 400 mHz, dont l'amplitude et la position dépendent essentiellement du rayon de la cavité. Enfin, la prise en compte d'un grand nombre de termes ($n$,$m$) dans la série (5.14) impacte essentiellement le comportement hautes fréquences du développement (5.14). Limiter ce nombre de termes à $(50,50)$ est largement suffisant dans le cadre de ce travail.

Finalement, compte-tenu des dimensions de la cavité FP choisie ici, le mouvement acoustique sur la gamme de fréquence de travail ne peut être réduit à un mouvement isotherme ou adiabatique. L'évolution des effets thermiques dans la cavité en fonction de la fréquence implique notamment une multiplication par 3 de l'amplitude de $\langle\tilde{\tau}\rangle_l$ sur la bande passante considérée ; elle est donc significative, ce qui justifie pleinement de conserver le terme $E_{Pl}$ tel qu'exprimé éq. (5.14) dans l'analyse de résultats.

### 5.1.3. Relation entre fréquence optique, et pression et température acoustiques

Dans le cas de la mesure de petites variations de pression autour de la pression atmosphérique, les effets de profondeur de pénétration relative $\epsilon_\alpha$ et de déformation physique de la cavité $\delta L$ peuvent être ignorés. Ainsi, la fréquence du laser $\nu_g$ asservie en fréquence sur la $m^{\text{ième}}$ résonnance optique de la cavité FP, telle que définie dans l'équation (2.12), peut être simplifiée comme suit

$$\nu_g = \frac{mc}{2nL_0}. \tag{5.15}$$

Tout écart de l'indice de réfraction de l'air $\Delta n$ par rapport à une valeur de référence $n$ entraîne un décalage de fréquence $\Delta\nu$ du laser par rapport à la valeur initiale $\nu_g$. Un développement au premier ordre de cette relation (5.15) conduit à exprimer les décalages en fonction des variations relatives d'indice de réfraction de l'air de la manière suivante :

$$\frac{\Delta\nu}{\nu_g} \approx -\frac{\Delta n}{n}. \tag{5.16}$$

Enfin, une relation entre la fréquence du laser asservie sur une résonance du FP et la variation de pression de l'air (supposée uniforme dans la cavité), peut être établie à partir des éléments exposés au paragraphe 1.2.

En effet, la relation (1.9), écrite dans une approximation de gaz parfait dans laquelle $P_a = P_s + \tilde{p}$ et $T = T_s + \tilde{\tau}$, avec $\tilde{p} \ll P_a$ et $\tilde{\tau} \ll T_s$, permet d'exprimer au premier ordre la variation d'indice de réfraction $\Delta n$ liée au mouvement acoustique sous une forme linéaire de $\tilde{p}$ et $\tilde{\tau}$, ce qui conduit finalement à écrire la variation de fréquence optique $\Delta\nu$ sous la forme suivante :

$$\Delta\nu = \sigma_p\, \tilde{p} + \sigma_T \langle\tilde{\tau}\rangle_l, \tag{5.17}$$

où $\sigma_P$ et $\sigma_T$ sont des coefficients de sensibilité respectivement à la pression et à la température dont les valeurs dépendent de manière négligeable de la teneur en $CO_2$ et de l'humidité relative de l'air. Ces coefficients de sensibilité peuvent être déterminés expérimentalement par étalonnage du réfractomètre ou à l'aide des formules d'Edlèn (ou leurs mises à jour) [108–111].

Finalement, en insérant l'équation (5.13) dans l'équation (5.17), la pression acoustique dans la cavité FP peut être déduite des mesures de décalage de fréquence du laser $\Delta\nu$ à l'aide de la relation suivante :

$$\tilde{p} \approx \frac{\Delta\nu}{\sigma_p + \sigma_T \dfrac{(\gamma_h - 1)}{\gamma_h} \dfrac{T_s}{P_s} E_{Pl}}. \tag{5.18}$$

En dehors d'une gamme de fréquence assez basse pour admettre un mouvement acoustique quasi-isotherme (imposant $E_{Pl} \approx 0$), il est donc essentiel d'avoir une connaissance suffisamment

précise, non seulement de la sensibilité en pression mais aussi en température du réfractomètre utilisé comme capteur de pression acoustique (*cf.* § 5.2).

## 5.2. Dispositif expérimental : choix techniques et étalonnage

La Figure 5.3 illustre l'ensemble du dispositif de mesure et de validation mis en œuvre au LNE-Cnam pour utiliser un réfractomètre de type Fabry-Perot comme capteur de pression acoustique infrasonore. Cette configuration est similaire avec celle utilisée pour la mesure de pression statique des gaz purs décrite dans le chapitre 3, y compris les montages optique (*cf.* § 3.1.1) et électronique (*cf.* § 3.1.2).

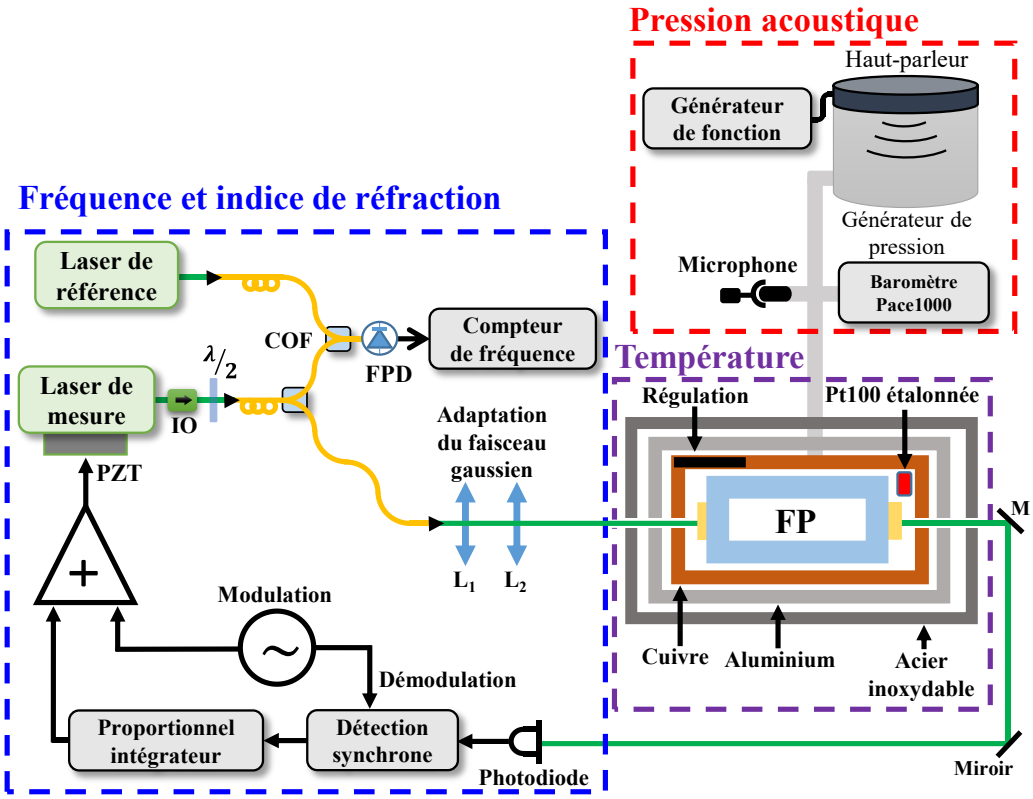


**Figure 5.3.** Configuration expérimentale pour la mesure de pression acoustique au LNE-Cnam. Notations – COF : Coupleur optique fibré, PZT : actionneur piézoélectrique, FPD : photodiode rapide, $L_i$ : lentille et IO : isolateur optique.

La principale différence avec la configuration utilisée pour la mesure de pression statique réside dans la méthode de génération et de mesure de la pression du gaz. Dans le cas actuel, l'étanchéité de l'enceinte à vide recouvrant le FP (*cf.* Figure 5.5) permet d'avoir une pression de l'air suffisamment stable autour de la pression atmosphérique, tout en isolant le réfractomètre des fluctuations externes de température et de pression. La pression acoustique dans le dispositif est générée par un haut-parleur émettant dans une grande cavité cylindrique (avec un diamètre de 374 mm et une hauteur de 270 mm),

elle-même reliée au réfractomètre et aux autres instruments, utilisés pour sa validation (*cf.* § 5.2.3), par des tubes aux liaisons étanches et assez courts pour considérer la pression acoustique uniforme dans tout le système.

Les corrections liées aux déformations physiques du réfractomètre, qui impactent la mesure de pression statique d'un gaz pur, sont du second ordre dans ce contexte. Plus précisément, la mesure d'amplitude de pression acoustique, d'environ 5 Pa, effectuée ici sur une période de moins de 10 min, induirait une erreur de 2 mPa en négligeant le coefficient de dilatation thermique de la cavité et de sa dérive à long terme, ainsi que 1 mPa en ignorant le coefficient de déformation mécanique de la cavité. Etant donné que ce travail porte sur la faisabilité du Fabry-Perot à la mesure de pression acoustique dans l'air, ces déformations ne sont donc pas prises en compte, simplifiant ainsi le processus de traitement des données. L'incertitude relative attribuée à cette simplification est estimée à 0,05 %.

Le processus d'asservissement en fréquence du laser « de mesure » sur un mode de résonnance $TEM_{00}$ du FP est identique à celui réalisé pour la mesure de pression statique (*cf.* § 3.1.2). De cette façon, la déviation de fréquence optique est suivie en continu pour maintenir la résonnance, ce qui nous permet de déduire les variations de pression acoustique en temps réel.

La fréquence du laser de mesure d'environ 563 THz est mesurée par un battement en fréquence avec le laser « de référence » Nd :YAG qui est asservi en fréquence sur une composante hyperfine d'une transition de l'iode moléculaire ayant une reproductibilité de quelques kHz [76,89]. Cette fréquence de battement de l'ordre de quelques GHz est mesurée à l'aide d'un fréquencemètre HP 53131A. L'électronique d'asservissement en fréquence ainsi que l'utilisation de ce fréquencemètre limitent la mesure de la pression acoustique au-delà de 1,5 Hz. Ainsi, dans le cadre de cette étude, la gamme de fréquences étudiée est limitée à une gamme comprise entre 40 mHz et 1,5 Hz. Cependant, il est envisageable d'étendre cette gamme jusqu'à 7 Hz en utilisant un autre type de fréquencemètre. Au-delà de cette fréquence, la bande passante de l'asservissement ne permet plus de suivre les oscillations rapides de pression. Dans ce cas, une méthode d'asservissement alternative, comme la méthode Pound-Drever-Hall [85], pourrait être une solution plus appropriée.

### 5.2.1. Cavité Fabry-Perot utilisée au LNE-Cnam pour la mesure de pression acoustique

Le résonateur Fabry-Perot, présenté Figure 5.4, est celui utilisé ici comme capteur de pression acoustique dans une gamme de fréquence infrasonore. Il se compose d'une entretoise quasi-cylindrique en Zerodur® de 100 mm de longueur et 22 mm de diamètre interne, équipé de douze trous de ventilation permettant la circulation de l'air. Deux miroirs plan-concave en silice, ayant un coefficient de réflexion

de 99,97 %, sont pressés contre cette entretoise par un système mécanique. Le choix de ce réfractomètre (et de sa configuration) s'explique par sa disponibilité au laboratoire, ainsi que les délais nécessaires pour la conception et la réalisation d'une cavité FP dont la forme se rapprocherait davantage d'un cylindre parfait.

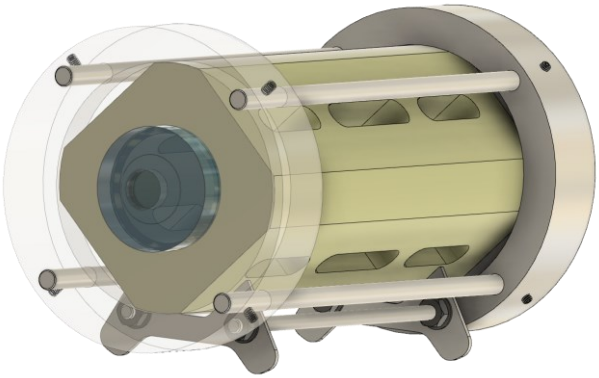

**Figure 5.4.** Cavité Fabry-Perot développée au LNE-Cnam pour la mesure de pression acoustique.

Cette cavité FP est placée dans une enceinte en cuivre, qui est elle-même installée dans un cylindre en dural (aluminium). L'ensemble est placé à l'intérieur d'une enceinte à vide en acier inoxydable d'une capacité de 10 L (*cf.* Figure 5.5) [16,104]. Cette configuration assure la stabilité des conditions environnementales, tout en filtrant les perturbations externes.

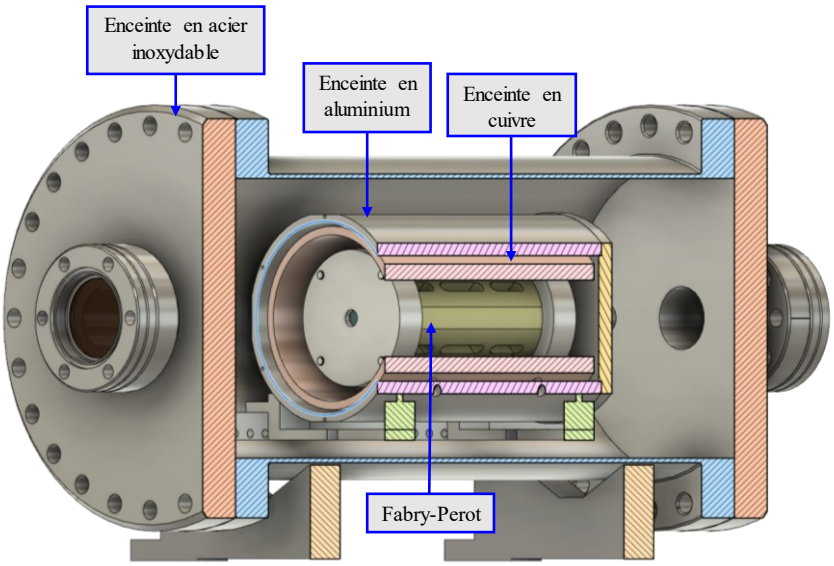


**Figure 5.5.** Disposition des enceintes autour du réfractomètre Fabry-Perot.

Pour assurer une stabilité et une uniformité thermique à long terme de l'environnement entourant la cavité FP, le cylindre en cuivre est régulé en température en utilisant la même méthode que celle employée pour la mesure de pression statique (*cf.* § 3.2.1). La température $T_s$ de l'air dans le réfractomètre est mesurée par une sonde Pt100 étalonnée, suspendu à l'intérieur de l'enceinte en cuivre,

comme illustré Figure 5.3 [16,104]. La stabilité de la mesure de température sur une période d'une heure est inférieure à 1 mK.

### 5.2.2. Sensibilités en pression et en température du réfractomètre

Le réfractomètre est étalonné en pression autour de la pression atmosphérique et à 21,925 °C, comme illustré Figure 5.6. Pour cela, une expérimentation distincte a été mis en place en dehors du système dédié à la mesure de pression acoustique. Dans cette procédure, un flux d'air est introduit dans la cavité FP avec un taux d'augmentation de 1 Pa/s, en utilisant une micro-fuite et un régulateur de pression. Tout au long de cette phase d'augmentation de pression, mesurée par un baromètre Pace1000 étalonné, la fréquence du laser reste asservie sur la même résonnance de la cavité FP. Grace à la résolution de fréquence d'environ 5 kHz autour de la pression atmosphériques, des variations de pression de l'ordre 3,3 mPa peuvent être mesurées [16].

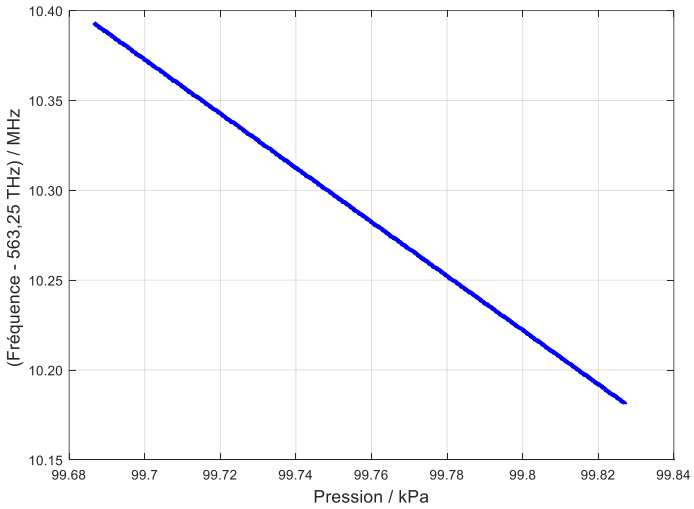


**Figure 5.6.** Courbe d'étalonnage en pression du réfractomètre à une température fixe (21,925 °C).

La sensibilité du réfractomètre à la pression $\sigma_p$ est estimée à $-1{,}506$ MHz/Pa par une méthode des moindres carrés sur les résultats d'étalonnage de pression, avec une incertitude relative de 0,013 %.

Un étalonnage en température du réfractomètre serait également nécessaire. Cependant, sa mise en œuvre est beaucoup plus complexe en pratique ainsi que dans le traitement des données expérimentales, le réfractomètre étant sensible, non seulement à la température de l'air mais aussi à sa propre dilatation thermique. Compte-tenu de ce que la dépendance en température du réfractomètre ne devrait agir que comme un terme correctif sur des variations de température de faible amplitude, et par manque de temps pour effectuer un étalonnage en température avec un niveau d'exactitude suffisant, il

a été décidé d'évaluer la valeur de $\sigma_T$ à $500\ \mathrm{MHz/°C}$ par les équations de Bönsch et Potulski [110] avec une incertitude élargie $\pm 10\ \mathrm{MHz/°C}$.

### 5.2.3. Génération et mesure de pression acoustique

Comme mentionné précédemment, la pression acoustique dans le système est émise par un haut-parleur électrodynamique fourni par le CEA-DAM, qui en a contrôlé la répétabilité [101]. Il est contrôlé par un générateur de fonctions (type RIGOL DG4162) programmé pour générer des signaux harmoniques à amplitudes fixes et fréquences pures allant de 40 mHz à 1,5 Hz.

Afin de valider les mesures de pression acoustique effectuées par le réfractomètre dans le système, deux autres capteurs étalonnés sont utilisés comme référence, chacun pour une gamme de fréquences (Figure 5.3) [104] :

- un baromètre piézorésistif (Druck Pace1000) pour les pressions quasi-statiques (< 100 mHz) ;
- un microphone à condensateur (Brüel & Kjaer type 4193 de ½ pouce avec une alimentation 2829) pour la gamme de fréquence supérieure à 70 mHz. Les variations de sensibilité du microphone en fonction de la pression et de la température ambiantes sont prises en compte par des termes correctifs [112] fournis dans le certificat d'étalonnage.

L'amplitude $A$ et la phase $\theta$ des signaux harmoniques mesurés à la sortie de chaque capteur sont estimés en optimisant les paramètres d'une fonction sinusoïdale de la forme $A\sin(\omega t + \theta)$ par la méthode des moindres carrés. Les résultats ont été recoupés avec ceux obtenus à partir d'une méthode normalisée (IEEE 1057:2027) et décrite dans la référence [95]. Ces valeurs d'amplitude et phase ont également été comparées à celles obtenus par transformée de Fourier rapide. L'incertitude relative ainsi estimée sur la mesure de $A$ et $\theta$ est d'environ 0,3 %.

## 5.3. Validation du réfractomètre par comparaison avec deux capteurs de référence

La procédure décrite ci-dessus permet d'obtenir la réponse en fréquence des trois capteurs, soumis au même champ de pression acoustique dans la gamme de fréquences de 40 mHz à 1,5 Hz.

Les valeurs moyennes obtenues à différentes fréquences sur trois séries de mesures pour chacun des capteurs utilisés sont représentées en amplitude et en phase Figure 5.7.

Les résultats obtenus avec le réfractomètre sont présentés sans (ligne pointillée, marqueurs x) et avec (trait plein, marqueur triangle) prise en compte des effets liées aux variations de température d'origine acoustique (éq. (5.18), (5.14)).

Les valeurs de phases issues des trois capteurs ont été normées par rapport à la phase de référence du générateur de fonction utilisé pour contrôler le haut-parleur.

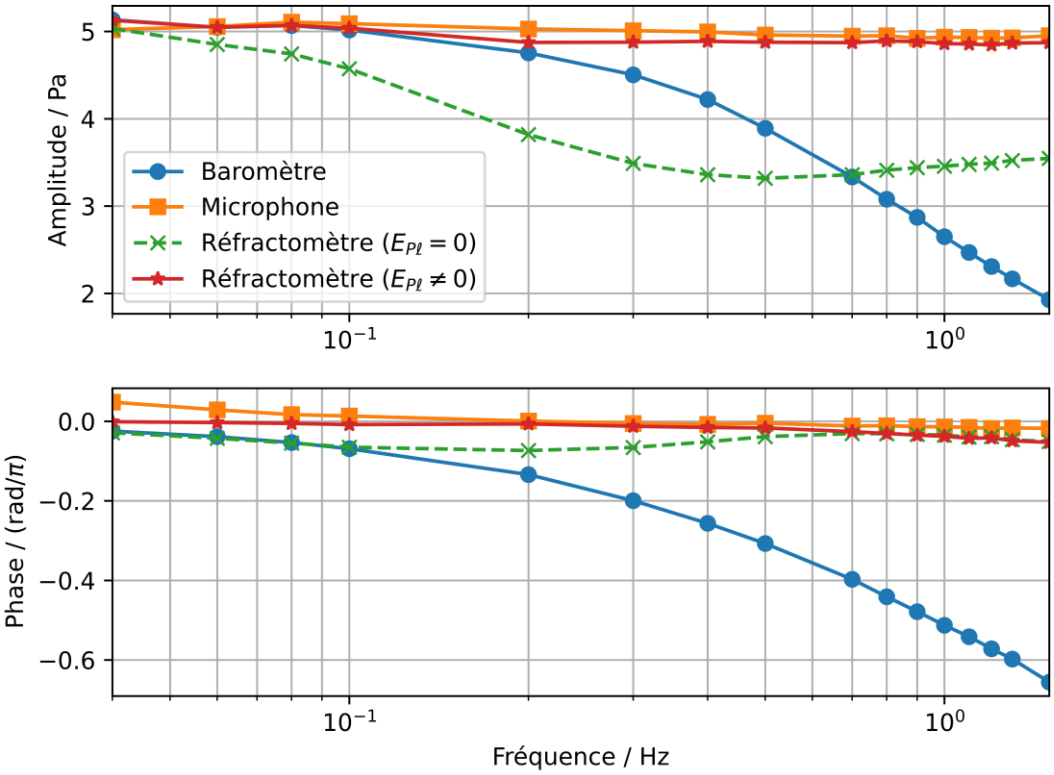


**Figure 5.7.** Réponse en amplitude et en phase des trois capteurs soumis au même champ de pression.

Parmi les deux capteurs de références utilisés, le microphone est celui présentant la bande passante la plus large. Sa réponse à la pression acoustique imposée par le haut-parleur est donc jugée la plus fiable sur la gamme de fréquences testée. La réponse du microphone illustre également que l'excitation acoustique fournie par le haut-parleur est relativement plate sur toute la gamme de fréquence de travail.

Comme attendu, les résultats obtenus montrent un comportement de filtre passe-bas pour le baromètre au-delà d'environ 100 mHz, sa réponse au champ de pression acoustique reste la référence considérée ici en dessous de cette fréquence. Dans cette gamme de fréquences basses, les résultats obtenus avec le réfractomètre concordent très bien avec ceux du baromètre. Le mouvement acoustique dans cette gamme se rapprochant fortement d'un mouvement isotherme, la prise en compte des effets thermiques par le terme correctif $E_{Pl}$ (éq. (5.14)) a un impact relativement faible sur les résultats de

mesure de pression obtenus avec le réfractomètre. Néanmoins, elle permet de se rapprocher fortement des résultats obtenus avec le baromètre.

Au-delà de 100 mHz, c'est le microphone qui sert de référence pour les mesures de pression acoustique avec le réfractomètre. Dans cette gamme de fréquences, les résultats obtenus montrent qu'il est indispensable de tenir compte des variations de températures d'origine acoustique dans la cavité FP pour utiliser un tel réfractomètre comme capteur de pression acoustique. L'expression (5.18) de la pression acoustique dans la cavité FP ne saurait donc être simplifiée en effectuant une hypothèse de transformation isotherme ($E_{Pl} = 0$). De même, une hypothèse de mouvement quasi-adiabatique ($E_{Pl} = 1$) ne permettrait pas d'obtenir des résultats satisfaisants avec ce réfractomètre aux plus basses fréquences de la gamme. L'exactitude du terme $\sigma_T\, E_{Pl}$ dans l'expression (5.18) a donc un impact déterminant sur la mesure de pression acoustique par réfractométrie FP, et plusieurs points d'attention doivent être soulevés afin de fiabiliser la détermination de ce terme.

Concernant le calcul du facteur $E_{Pl}$, son exactitude est fortement liée à la forme exacte et aux dimensions géométriques de la cavité FP. La modélisation présentée ici et aboutissant à l'expression (5.14) est adaptée et validée pour une géométrie parfaitement cylindrique. Même si la forme interne de la cavité FP est effectivement cylindrique, elle présente cependant de larges ouvertures permettant l'uniformité de pression (Figure 5.4), ce qui change significativement la forme des couches limites thermiques sur les parois latérales de la cavité. Ainsi, un moyen d'améliorer l'exactitude sur le facteur $E_{Pl}$ serait de concevoir une cavité FP dont la forme serait plus conforme à une géométrie cylindrique parfaite. La présence d'ouvertures étant cependant inévitable dans un tel dispositif, une modélisation par éléments finis permettrait de mieux appréhender les limites de validité d'une hypothèse de cavité cylindrique et d'étudier la possibilité de déterminer des paramètres géométriques effectifs pour une cavité cylindrique permettant de rendre compte au mieux dans le calcul de $E_{Pl}$ de la présence d'ouvertures en parois. La réalisation d'une nouvelle cavité FP dédiée à des mesures de pression acoustique passera, quoi qu'il en soit, par une telle étude théorique afin de déterminer une forme et des dimensions optimisées pour la gamme de fréquence visée.

D'un autre côté, la valeur du coefficient de sensibilité $\sigma_T$ est également un paramètre important dans la détermination de la pression acoustique et l'incertitude élargie accessible par les méthodes de calcul utilisées ici [110] est, selon toute vraisemblance, insuffisante dans le cas présent. L'incertitude élargie sur la valeur calculée de $\sigma_T$ ($\pm 10$ MHz/°C) a, en effet, un impact significatif sur les pressions acoustiques déterminées par réfractométrie, qui est illustré Figure 5.8. Sur cette figure, l'enveloppe autour des valeurs de pressions acoustiques obtenues par réfractométrie FP illustre uniquement la composante d'incertitude liée au coefficient de sensibilité en température, $\sigma_T$. Afin de mieux situer qualitativement la concordance entre les résultats issus du microphone de référence et ceux obtenus par

réfractométrie, les incertitudes liées à l'exactitude du microphone sont également représentées. Bien qu'une comparaison directe entre les deux types de barres d'incertitudes ne soit pas pertinente, leurs représentations sur un même graphique permet de mieux appréhender les évolutions respectives que pourront suivre les incertitudes totales sur ces mesures de pression lorsqu'un budget d'incertitudes devra être établi, suite à cette étude de faisabilité.

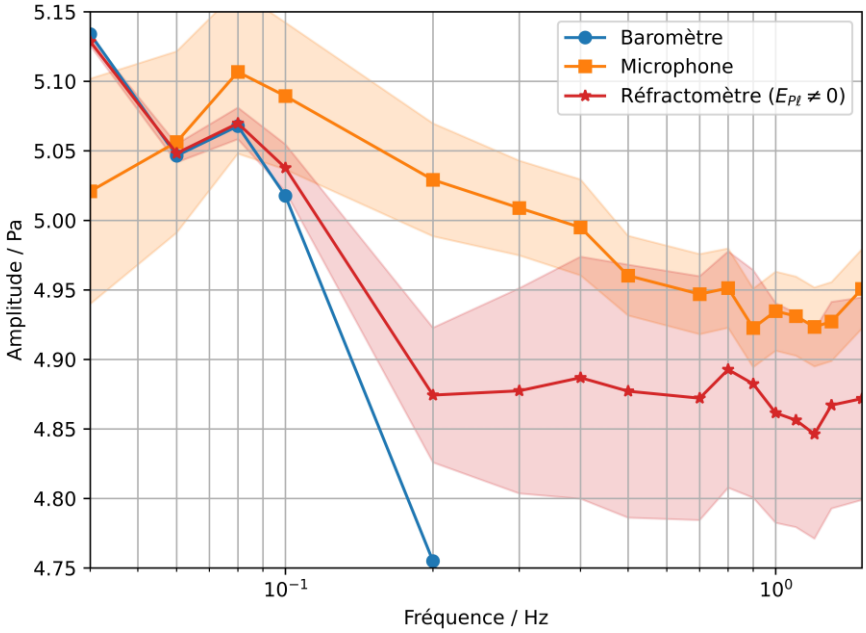


**Figure 5.8.** Amplitudes des pressions acoustiques mesurées et composantes d'incertitudes associées respectivement à l'étalonnage du microphone et au coefficient de sensibilité en température du réfractomètre.

Le mouvement acoustique étant quasi-isotherme aux plus basses fréquences, la composante d'incertitude liée au coefficient de sensibilité en température du réfractomètre demeure très faible et va croissant avec la fréquence. A partir d'environ 400 mHz, cette composante d'incertitude semble rester constante, ce qui correspond à peu près à la gamme de fréquences où le mouvement acoustique peut commencer à être considéré comme quasi-adiabatique. D'un autre côté, l'incertitude sur l'exactitude du microphone décroît largement avec la fréquence. Si ils présentent un léger décalage en amplitude à partir de 400 mHz, les résultats obtenus avec le microphone et le réfractomètre se recoupent tout à fait aux incertitudes près dans cette gamme. En dessous de 400 mHz, la concordance des résultats semble nettement dégradée. Cependant, il faut rappeler que la barre d'incertitude sur les résultats du réfractomètre ne correspond qu'à une part de son incertitude totale, qui est selon toute vraisemblance beaucoup plus élevée à l'heure actuelle.

En fiabilisant à la fois (i) le calcul de $E_{Pl}$ par une modélisation adaptée, ainsi qu'une optimisation de forme pour la cavité FP et (ii) la détermination de $\sigma_T$ par une procédure d'étalonnage en température du réfractomètre, il sera possible de

- mieux rendre compte de la forme que prend effectivement le passage entre un mouvement acoustique quasi-isotherme et quasi-adiabatique dans la cavité FP,
- réduire les incertitudes sur les mesures de pressions acoustiques obtenues par réfractométrie FP.

Les travaux à venir devront aller dans ce sens, mais en tout état de cause, ce travail confirme déjà la possibilité d'étendre interférométrie basée sur un réfractomètre de type Fabry-Perot à la mesure de pressions acoustiques sur toute la gamme infrasonore. En effet, la limitation actuelle à $1{,}5\ \mathrm{Hz}$ du dispositif expérimental mis en œuvre est seulement liée à la bande passante de l'asservissement du laser. Ainsi, les premiers résultats obtenus sur la gamme $40\ \mathrm{mHz} - 1{,}5\ \mathrm{Hz}$ pourront aisément être étendus jusqu'à $20\ \mathrm{Hz}$ en changeant d'instrumentation pour ce faire.

# Conclusion et perspectives

Les travaux présentés ici portent principalement sur le développement et la caractérisation d'un réfractomètre de type Fabry-Perot, conçu pour mesurer la réfractivité de l'azote, un gaz dont les coefficients du viriel ont été extrapolés à la longueur d'onde et température de travail. La stabilité en température sub-millikelvin a permis de démontrer la capacité du Fabry-Perot, développé au sein du LNE-Cnam, à mesurer la pression thermodynamique de l'azote avec une incertitude de $[(48{,}8\ \mathrm{mPa})^2 + (21{,}7 \times 10^{-6} \cdot p)^2]^{1/2}$ (à $k = 2$), dans la gamme de pression entre $100\ \mathrm{Pa}$ et $100\ \mathrm{kPa}$. Cette incertitude est proche de celles obtenues par les LNM les plus avancés dans ce domaine.

Le bilan d'incertitude complet établi dans ce travail identifie clairement les paramètres pour lesquels les incertitudes doivent être réduites en priorité. Plus précisément, autour de la pression atmosphérique, ces paramètres sont la température du gaz $T$, se réfractivité molaire $A_R$, son deuxième coefficient du viriel de densité $B_\rho$, ainsi que le coefficient de déformation mécanique de la cavité $\beta$. L'incertitude sur ce dernier paramètre peut être réduite d'un ordre de grandeur en utilisant la méthode des deux gaz (*cf.* 3.4.3), ce qui réduirait l'incertitude sur la réfractivité molaire du gaz. Pour la température du gaz, une amélioration de la procédure d'étalonnage de la sonde et l'utilisation d'un pont de résistance de haute exactitude permettrait de réduire son incertitude et, par conséquent, sa contribution à la mesure de la pression.

A basse pression, les paramètres contribuant à la dégradation de l'incertitude sur la mesure de pression incluent le dégazage, le coefficient de dilation thermique effectif de la cavité $\alpha$, ainsi que la différence de température entre l'état de référence et l'état de mesure $\Delta T$. Pour réduite la valeur et l'incertitude associée au coefficient de dilation thermique, les miroirs en silice seront remplacés par des miroirs en ULE. Ceci devrait également limiter la contribution de l'incertitude de $\Delta T$ sur la mesure de pression. Pour le dégazage, une optimisation du système à vide est prévue.

Un nouveau réfractomètre est en cours de développement au sein du LNE-Cnam afin de tenir compte des limitations qui ont été identifiées sur le réfractomètre actuel. Dans nos futurs travaux, l'utilisation de l'argon pourrait se révéler être une alternative prometteuse à l'azote si les calculs *ab-initio* s'améliorent significativement.

La validation expérimentale du Fabry-Perot actuel nécessite une comparaison avec une balance de pression de référence PG7607 pour la mesure de la pression de l'azote dans la gamme de 30 kPa à 100 kPa. Cette comparaison, caractérisée par une reproductibilité inférieure à 2,7 ppm, révèle un écart relatif inférieur à 8 ppm sur l'ensemble de la gamme de mesure, ce qui est inférieur aux meilleures incertitudes obtenues par les étalons actuels. Afin d'élargir l'étendue de mesure pour cette comparaison, l'utilisation

d'autres types d'étalons sera également nécessaire. D'autre part, ce travail aura permis de mettre en œuvre avec succès la réfractométrie pour la mesure de pression acoustique dans l'air dans la gamme de fréquence infrasonore, comprise entre 40 mHz à 1,5 Hz. Cette étude pourrait être étendue jusqu'à 20 Hz, en améliorant l'électronique de mesure de fréquence et en augmentant la bande passante de l'asservissement en fréquence du faisceau laser. Le développement et la validation métrologique d'un tel capteur opto-acoustique présente une avancée significative. En effet, son fonctionnement repose sur une mesure de la pression thermodynamique contrairement aux microphones usuels, mesurant la pression mécanique oscillante appliquée sur leur membrane.

Le principal verrou identifié sur l'utilisation d'un réfractomètre pour des mesures de pression acoustique est lié à la modélisation du champ de variation de température lié à la pression acoustique dans la cavité Fabry-Perot, qui impacte de manière significative la variation d'indice de réfraction associée. Le modèle analytique développé a permis corriger efficacement cet effet dans le cas où le mouvement peut être considéré quasi-isotherme, d'une part, et quasi-adiabatique, d'autre part. Néanmoins, la transition entre les deux régimes n'est pas complétement compensée en raison de l'écart entre la géométrie de la cavité réelle et le modèle.

Il devient maintenant essentiel d'améliorer la fiabilité du modèle permettant le calcul du coefficient de correction $E_{Pl}$, que ce soit en simplifiant la configuration du réfractomètre ou en enrichissant le modèle physique grâce à des comparaisons avec des simulations par éléments finis du réfractomètre actuel.

L'analyse de résultats a également mis en évidence certaines limites des modèles disponibles permettant de relier réfractivité et température, rendant nécessaire par la suite un étalonnage du réfractomètre pour déterminer sa sensibilité en température.

Enfin, ces travaux établissent, grâce à la réfractométrie, et pour la première fois un lien et une continuité entre les mesures de pression statique, généralement effectuées à l'aide de baromètres et de balances de pression, et les mesures de pression acoustique réalisées à l'aide de microphones et de microbaromètres.

# **Annexe A.** Réfractivité d'un gaz pur

L'objectif de cette annexe est de fournir les informations complémentaires et les détails intermédiaire nécessaire pour l'obtention de l'expression de réfractivité d'un gaz pur en utilisant un réfractomètre Fabry-Perot à simple cavité développé au LNE-Cnam, telle qu'elle est présentée dans la section 2.2.1. De plus, cette annexe propose une comparaison avec les expressions de réfractivité couramment utilisées dans les différents LNM les plus avancées en matière de mesure de pression thermodynamique par voie optique.

La résonnance dans une cavité Fabry-Perot à deux miroirs DBR est obtenue lorsque l'accumulation de phase aller-retour $\phi_{ar}$ de la lumière dans la cavité est un multiple de 2π, de sorte que l'interférence constructive se produit. Dans ce cas, l'expression décrivant la résonnance $TEM_{00}$ du mode *m* peut s'écrire comme suit [7,62,67,69–71] :

$$\frac{4\pi L_0}{\lambda} + \phi_1(\nu) + \phi_2(\nu) = \frac{4\pi L_0}{\lambda} + 2\phi_R(\nu) = 2\pi m = \phi_{ar}, \tag{A.1}$$

où, $L_0$ est la longueur physique du réfractomètre FP sous vide, $\lambda = c_0/\nu$ est la longueur d'onde de la lumière, avec $c_0$ la vitesse de la lumière dans le vide et $\nu$ la fréquence optique. Dans cette expression, le terme de diffraction induit par la phase de Gouy est ignoré. Cependant, le déphasage du faisceau au niveau des miroirs diélectriques est pris en compte, étant donné que la réflexion se produit à l'intérieur de l'empilement des miroirs, $\phi_1(\nu)$ et $\phi_2(\nu)$, qui dépendent de la fréquence, avec l'hypothèse $\phi_1(\nu) = \phi_2(\nu)$ [69].

Le déphasage à la réflexion est donné par l'équation $\phi_R(\nu) = \Phi_0 + \alpha_M(\nu - \nu_c)$, où $\alpha_M$ représente la réponse en phase du miroir, et $\Phi_0$ désigne le déphasage à la fréquence de conception des miroirs $\nu_c$, et peut être égal à $\pi$ ou à 0, selon qu'une couche à indice élevé $n_H$ ou faible $n_L$ fait face au laser incident.

Au fur et à mesure que l'on s'éloigne de la fréquence de conception, les écarts par rapport à $\Phi_0$ dépendent en effet de $n$, et ceci est pris en compte par $\alpha_g = n\alpha_M$ ou $\alpha_g = (2 - n)\alpha_M$, pour le cas des miroirs de type-H et de type-L, respectivement.

A partir de l'énoncé de base de l'équation (A.1), la fréquence de résonnance $\nu_0$ du mode $m_0$ de la cavité FP sous vide, exprimée initialement comme suit

$$\nu_0 = \frac{c_0}{2L_{FP}}\left[m_0 - \frac{\phi_0 + \alpha_M(\nu_0 - \nu_c)}{\pi}\right], \tag{A.2}$$

peut-être reformulée de la manière suivante :

$$\nu_0 = \frac{c_0}{2L_0 + \frac{\alpha_M c}{\pi}}\left[m_0 - \frac{\phi - \alpha_M \nu_c}{\pi}\right]. \tag{A.3}$$

En présence de gaz, la fréquence de résonnance $\nu_g$ du mode $m$, est formulée comme suit (en ignorant la déformation du réfractomètre $\delta L$) :

$$\nu_g = \frac{c_0}{2nL_0 + \frac{\alpha_g c}{\pi}}\left[m_0 + \Delta m - \frac{\phi_0 - \alpha_g \nu_c}{\pi}\right]. \tag{A.4}$$

Le refractomètre développé au LNE-Cnam contient des miroirs de type-H. En soustrayant (A.4) de (A.3) et en résolvant la réfractivité, on obtient

$$n - 1 = (1 + \epsilon_\alpha)\frac{\nu_0 - \nu_g + \Delta m \frac{c}{2L_0(1 + \varepsilon_\alpha)}}{\nu_g + \epsilon_\alpha(\nu_g - \nu_c)}. \tag{A.5}$$

Cette équation ne tient compte ni de la déformation du réfractomètre $\delta L$ ni de la phase de Gouy $\Theta_G$. Le paramètre $\epsilon_\alpha = \frac{\alpha_M c}{2\pi L_0}$, nommé profondeur de pénétration relative, tient compte de la dispersion linéaire du changement de phase dans la réflexion du miroir en fonction de la fréquence du laser. L'équation (A.5) est similaire à l'équation (2) dans [7], la seule différence réside dans le deuxième terme $\epsilon_\alpha(\nu_g - \nu_c)$ au dénominateur. Cependant, ce terme peut être négligé puisqu'en ayant un FP de 50 mm de longueur, $\epsilon_\alpha \approx 8 \times 10^{-6}$, et $(\nu_g - \nu_c) \approx$ 2 THz. Par conséquent, $\epsilon_\alpha(\nu_g - \nu_c) \approx 16$ MHz, qui est négligeable devant $\nu_g$, qui est d'environ $5{,}63 \times 10^{14}$ Hz [7].

Dans le cas du réfractomètre Fabry-Perot développé au RISE, qui repose sur la méthode GAMOR, l'expression de la réfractivité d'un gaz, en négligeant les déformations physiques, est formulée comme suit [15] :

$$n - 1 = \frac{\nu_0 - \nu_g + \Delta m \frac{c}{2(L_0 + 2L_\tau)}}{\nu_g - \frac{c\gamma_s'}{2(L_0 + 2L_\tau)}}, \tag{A.6}$$

avec, $L_\tau$ la profondeur de pénétration du faisceau dans les miroirs.

Cette équation présente des similitudes avec l'équation (2) de [7], l'équation (14) dans [69], l'équation (4) dans [70], l'équation (2) dans [62], ainsi que l'équation (6) dans [19].

En négligeant la déformation physique du réfractomètre due à la présence du gaz, et en superposant les équations (A.5) et (A.6), on obtient

$$n - 1 = \frac{\nu_0 - \nu_g + \Delta m \cdot \frac{c}{2L_{FP}(1 + \epsilon_\alpha)}}{\nu_g - \frac{\epsilon_\alpha \nu_c}{(1 + \epsilon_\alpha)}} = \frac{\nu_0 - \nu_g + \Delta m \frac{c}{2(L_0 + 2L_\tau)}}{\nu_g - \frac{c\gamma_s'}{2(L_0 + 2L_\tau)}}. \tag{A.7}$$

En mettant $(L_0 + 2L_\tau) = L_{FP}(1 + \epsilon_\alpha)$ pour les deux numérateurs et $\gamma_s' = \frac{\alpha_M \nu_c}{\pi}$ pour les deux dénominateurs, les deux équations deviennent identiques.

L'expression de la réfractivité d'un gaz ($n$ – 1) en prenant en compte tous les paramètres intrinsèques du FP peut être écrite sous la forme suivante [7,12,62,70] :

$$n - 1 = (1 + \epsilon_\alpha)\frac{\nu_0 - \nu_g + \Delta m \cdot \Delta\nu_{ISL}}{\nu_g} + n(-\alpha \cdot \Delta T + \beta \cdot \Delta P + \gamma \cdot \Delta t), \qquad \text{(A.8)}$$

où, $\alpha$ est le coefficient de dilatation thermique, $\beta$ est le coefficient de déformation mécanique, $\gamma$ est la dérive à long terme, $\Delta T$ est la différence de température entre le vide et le gaz, $\Delta P$ est la différence de pression entre ces deux états et $\Delta t$ est le temps entre les deux mesures.

# **Annexe B.** Réfractivité et densité d'un gaz

L'objectif de cette annexe est de détailler les étapes intermédiaires nécessaires permettant d'établir l'expression la plus appropriée de la densité molaire d'un gaz pur en fonction de sa réfractivité, qui est la grandeur mesurée, en se basant sur l'équation de Lorentz-Lorenz. L'expression résultante de densité est présentée dans la section 1.2.1.

L'indice de réfraction d'un gaz $n$ est relié à sa densité molaire $\rho$ par l'équation de Lorentz-Lorenz, exprimée de la manière suivante [3,4,15,29–32] :

$$\frac{n^2-1}{n^2+2} = A_R\rho + B_R\rho^2 + C_R\rho^3 + \cdots = \rho(A_R + B_R\rho + C_R\rho^2 + \cdots), \tag{B.1}$$

où $A_R$ est la réfractivité molaire du gaz, $B_R$ et $C_R$ sont les deuxième et troisième coefficients du viriel de réfractivité.

Pour déduire la densité du gaz à partir de la mesure de son indice, il est avantageux de réécrire l'équation (B.1) de manière suivante :

$$\frac{n^2-1}{n^2+2} = (n-1) \times \frac{n+1}{n^2+2} = (n-1) \times \xi(n), \tag{B.2}$$

où, la fonction $\xi(n)$ est développée en série de Taylor autour de n = 1 de la manière suivante :

$$\begin{aligned} \xi(n) &= \xi(1) + \left(\frac{\partial \xi}{\partial n}\right)_{n=1}(n-1) + \frac{1}{2}\left(\frac{\partial^2 \xi}{\partial n^2}\right)_{n=1}(n-1)^2 + \varepsilon(n) \\ &= \frac{2}{3} - \frac{1}{9}(n-1) - \frac{4}{27}(n-1)^2 + \varepsilon(n) \cdot \end{aligned} \tag{B.3}$$

Pour des valeurs de (n – 1) inférieures à $2 \times 10^{-4}$ (valeur approchée pour l'azote autour de la pression atmosphérique) la fonction $\varepsilon(n)$ reste inférieure à $10^{-12}$. Cela correspond à une erreur sur la pression déduite qui est bien inférieure à 1 ppm. Par conséquent, l'utilisation du développement jusqu'à l'ordre deux peut être effectuée sans risque d'erreur significative. En insérant donc l'équation (B.3) dans l'équation (B.1), on obtient

$$\frac{n^2-1}{n^2+2} = (n-1)\left[\frac{2}{3} - \frac{1}{9}(n-1) - \frac{4}{27}(n-1)^2\right] = \rho(A_R + B_R\rho + C_R\rho^2 + \cdots) \cdot \tag{B.4}$$

Le théorème des séries inverses et des inversions de séries [34] implique que pour une variable $y$ dépendant d'une variable $x$ de telle sorte que

$$y = a_1x + a_2x^2 + a_3x^3, \tag{B.5}$$

alors on exprime $x$ en fonction de $y$ comme suit :

$$x = A_1 y + A_2 y^2 + A_3 y^3, \tag{B.6}$$

avec

$$\begin{aligned} A_1 &= \frac{1}{a_1}, \\ A_2 &= -\frac{1}{a_1^3} a_2, \\ A_3 &= \frac{1}{a^5}(2a_2^2 - a_1 a_3) \cdot \end{aligned} \tag{B.7}$$

En appliquant ce théorème à l'équation (B.4), on obtient

$$\begin{aligned} \rho = \frac{1}{A_R}\left[\frac{2}{3}(n-1) - \frac{1}{9}(n-1)^2 - \frac{4}{27}(n-1)^3\right] \\ - \frac{B_R}{A_R^3}\left[\frac{2}{3}(n-1) - \frac{1}{9}(n-1)^2 - \frac{4}{27}(n-1)^3\right]^2 \\ + \frac{1}{A_R^5}(2B_R^2 - A_R C_R)\left[\frac{2}{3}(n-1) - \frac{1}{9}(n-1)^2 - \frac{4}{27}(n-1)^3\right]^3 \cdot \end{aligned} \tag{B.8}$$

La densité d'un gaz peut donc être écrite sous forme d'une série convergente de termes d'ordre successivement supérieur de la réfractivité [4,83], comme suit

$$\begin{aligned} \rho = \frac{2}{3A_R}(n-1) + \left(-\frac{1}{9A_R}\left(1 + 4\frac{B_R}{{A_R}^2}\right)\right)(n-1)^2 \\ + \left(-\frac{4}{27A_R}\left[1 - \frac{B_R}{{A_R}^2} + 2\frac{C_R}{{A_R}^3} - 4\left(\frac{B_R}{{A_R}^2}\right)^2\right]\right)(n-1)^3 + \cdots \cdot \end{aligned} \tag{B.9}$$

Lorsque la mesure de la densité est réalisée par réfractométrie, l'équation (B.9) est écrite sous la forme la plus appropriée. Cette équation peut être utilisée sans induire d'erreur supérieure à 0,1 ppm.

# **Annexe C.** Pression thermodynamique d'un gaz pur

Cette annexe a pour objectif de détailler les étapes permettant d'obtenir la relation entre la pression thermodynamique d'un gaz pur, sa réfractivité, ainsi que ses coefficients du viriel de densité et de réfractivité. Cette relation est basée sur l'expression de la densité obtenue dans l'Annexe B. L'expression finale de la pression thermodynamique d'un gaz présentée ici, telle qu'elle est exposée dans la section 1.2.3, est équivalente à celle utilisée dans la majorité des LNM.

Traditionnellement, la pression $p_M$ est définie comme le rapport d'une force $F_M$ appliquée sur une surface $S_0$, c'est-à-dire [3] :

$$p_M = \frac{F_M}{S_0} \cdot \tag{C.1}$$

Si l'expression (C.1) est une définition commode pour les applications où la force est la préoccupation principale (par exemple dans les applications d'ingénierie structurelle), elle n'est plus appropriée pour les applications où le comportement des molécules de gaz est la première préoccupation, comme en thermodynamique, en dynamique des fluides et encore en chimie des gaz. Dans ces cas, la définition thermodynamique de la pression, basée sur la densité des molécules de gaz et leur énergie cinétique, est la meilleure approche [113].

Si l'étalon primaire est réalisé par une balance de pression, la pression $p_M$ d'un fluide est équilibrée par la force gravitationnelle de la masse $m$ d'un piston ainsi que des masses additionnelles facultatives agissant sur la surface effective $S_0$ de l'ensemble piston-cylindre

$$p_M = \frac{mg}{S_0} \cdot \tag{C.2}$$

Dans ce cas, la traçabilité est assurée par les masses étalonnées, l'accélération de la gravité $g$ connue localement et la surface effective déterminée géométriquement.

Si l'étalon primaire est réalisé par un manomètre à tube en U rempli d'un liquide, une pression différentielle $p_d$ entre le côté évacué (à la pression $p_0$) et le côté test du tube en U est déterminée par la différence la hauteur $\Delta h$ du liquide dans les deux tubes par rapport à un plan horizontal :

$$p_d = \rho_v g \Delta h, \tag{C.3}$$

où, $\rho_v$ est la masse volumique du liquide dans le manomètre.

Dans les deux situations précédentes, il est essentiel d'avoir un côté de référence où la pression $p_0$ est évacuée à un niveau considérablement inférieur à la pression mesurée.

Un nouveau type d'étalon primaire peut être établi pour la pression des gaz, basé sur la loi des gaz parfaits, qui est écrite sous la forme suivante :

$$p = \rho RT, \tag{C.4}$$

où $\rho$ est la densité molaire du gaz et $R$ est la constante universelle des gaz parfaits, définie dans le nouveau SI avec une valeur exacte sans aucune d'incertitude [3,35,36].

**Gaz idéal et gaz réel**

L'équation (C.4) décrit l'état d'un gaz idéal, où les molécules ne subissent aucune interaction à longue portée et peuvent être modélisées comme des « sphères dures » qui se heurtent de manière purement élastique, sans aucune perte d'énergie. En outre, on suppose que le volume de toutes les « sphères dures » est négligeable par rapport au volume macroscopique $V$ de la cavité remplie par le gaz. En réalité, les molécules interagissent par des forces électromagnétiques, principalement de type van-der-Waals, et présentent un volume interne fini. Ces deux effets dépendent de $\rho_N$, ou de manière équivalente de $\rho$.

- ➔ Le volume interne de toutes les molécules, qui est lié au volume total $V$, est proportionnel à $N$ ou $\rho_N$.
- ➔ En général, lorsque les molécules sont éloignées les unes des autres, il n'y a pas de force entre elles. Lorsque deux molécules se rapprochent l'une de l'autre, les nuages d'électrons s'attirent d'abord, puis le chevauchement fait intervenir de fortes forces répulsives. Le taux de collision total est proportionnel à $\rho^2$ et entraîne une déviation de la loi des gaz parfaits [3].

Lorsque l'on tient compte de ces considérations, une description pour un « gaz réel » est donnée par la série de puissance suivante dans $\rho$ :

$$p = \rho RT\left(1 + B_\rho \rho + C_\rho \rho^2 + \cdots\right), \tag{C.5}$$

où $B_\rho$ et $C_\rho$, qui sont en fonction de la température, sont les coefficients du viriel de densité du deuxième et troisième ordre, respectivement.

Finalement, la pression thermodynamique d'un gaz pur peut être exprimée en fonction de la réfractivité du gaz en insérant l'équation (B.9) dans l'équation (C.5), ce qui conduit à [4] :

$$
\begin{aligned}
p = RT\left(1 + B_\rho \rho + C_\rho \rho^2 + \cdots\right) \\
&= RT\left[\frac{2}{3A_R}(n-1) + \left(-\frac{1}{9A_R}\left(1 + 4\frac{B_R}{{A_R}^2}\right)\right)(n-1)^2\right. \\
&\left. + \left(-\frac{4}{27A_R}\left[1 - \frac{B_R}{{A_R}^2} + 2\frac{C_R}{{A_R}^3} - 4\left(\frac{B_R}{{A_R}^2}\right)^2\right]\right)(n-1)^3\right] \\
&+ RTB_\rho\left[\frac{2}{3A_R}(n-1) + \left(-\frac{1}{9A_R}\left(1 + 4\frac{B_R}{{A_R}^2}\right)\right)(n-1)^2\right. \\
&\left. + \left(-\frac{4}{27A_R}\left[1 - \frac{B_R}{{A_R}^2} + 2\frac{C_R}{{A_R}^3} - 4\left(\frac{B_R}{{A_R}^2}\right)^2\right]\right)(n-1)^3\right] \\
&+ RTC_\rho\left[\frac{2}{3A_R}(n-1) + \left(-\frac{1}{9A_R}\left(1 + 4\frac{B_R}{{A_R}^2}\right)\right)(n-1)^2\right. \\
&\left. + \left(-\frac{4}{27A_R}\left[1 - \frac{B_R}{{A_R}^2} + 2\frac{C_R}{{A_R}^3} - 4\left(\frac{B_R}{{A_R}^2}\right)^2\right]\right)(n-1)^3\right]^2 + \cdots \\
&= C_1(T)(n-1) + C_2(T)(n-1)^2 + C_3(T)(n-1)^3 + \cdots,
\end{aligned}
\tag{C.6}
$$

avec

$$
\begin{aligned}
C_1(T) &= {}^{2RT}/_{3A_R}, \\
C_2(T) &= \frac{RT}{9{\mathrm{A_R}}^3}\left[-{\mathrm{A_R}}^2 + 4A_R B_\rho - 4\mathrm{B_R}\right], \\
C_3(T) &= \frac{4RT}{27{\mathrm{A_R}}^5}\left[-{\mathrm{A_R}}^4 - B_\rho {\mathrm{A_R}}^3 + \mathrm{B_R}{\mathrm{A_R}}^2 - 4\mathrm{A_R}\mathrm{B_R}B_\rho + 4{B_\mathrm{R}}^2 + 2C_\rho {\mathrm{A_R}}^2 - 2A_R\mathrm{C_R}\right]\cdot
\end{aligned}
\tag{C.7}
$$

# **Annexe D.** Propagation des incertitudes pour la mesure de pression thermodynamique

L'objectif de cette annexe est de fournir, dans un premier temps, les expressions de la pression thermodynamique d'un gaz pur, dans les gammes de pression où elles sont applicables, en négligeant les paramètres du viriel du gaz ayant un impact insignifiant. Ceci vient en complément de la section 1.2.3. Ensuite, cette annexe vise à présenter l'expression de l'incertitude associée à la mesure de pression thermodynamique obtenue par la méthode de propagation des incertitudes, dans le but de valider et compléter le calcul d'incertitude sur la pression par la méthode de Monte-Carlo, en particulier dans la section 1.4.

La pression thermodynamique d'un gaz pur peut être écrit sous la forme :

$$\begin{aligned} p = {} & \frac{2RT}{3A_R}(n-1) + \frac{RT}{9{A_R}^3}\left[-{A_R}^2 + 4A_R B_\rho - 4B_R\right](n-1)^2 \\ & + \frac{4RT}{27{A_R}^5}\left[-{A_R}^4 - B_\rho {A_R}^3 + B_R {A_R}^2 - 4A_R B_R B_\rho + 4{B_R}^2 + 2C_\rho {A_R}^2\right. \\ & \left. - 2A_R C_R\right](n-1)^3 \\ & = \frac{2RT}{3A_R}(n-1) + \frac{RT}{9{A_R}^3}[X](n-1)^2 + \frac{4RT}{27{A_R}^5}[Y](n-1)^3 \cdot \end{aligned} \tag{D.1}$$

L'incertitude associée à la pression thermodynamique, en utilisant la loi de propagation d'incertitudes et en supposant l'absence de corrélation entre les différents termes, peut être écrite sous la forme suivante :

$$up = \sqrt{\begin{aligned} & \left(\frac{\partial p}{\partial A_R} uA_R\right)^2 + \left(\frac{\partial p}{\partial B_R} uB_R\right)^2 + \left(\frac{\partial p}{\partial C_R} uC_R\right)^2 \\ & + \left(\frac{\partial p}{\partial B_\rho} uB_\rho\right)^2 + \left(\frac{\partial p}{\partial C_\rho} uC_\rho\right)^2 + \left(\frac{\partial p}{\partial (n-1)} u(n-1)\right)^2 + \left(\frac{\partial p}{\partial T} uT\right)^2 \end{aligned}}, \tag{D.2}$$

avec

$$\frac{\partial p}{\partial B_R}\Big/_p = \frac{\frac{-4}{9{A_R}^2} + \frac{4}{27{A_R}^4}\left[A_R^2 - 4A_R B_\rho + 8B_R\right](n-1)}{\frac{2}{3} + \frac{1}{9{A_R}^2}[X](n-1) + \frac{4}{27{A_R}^4}[Y](n-1)^2},$$

$$\frac{\partial p}{\partial C_R}\Big/_p = \frac{\frac{-8}{27{A_R}^3}(n-1)^2}{\frac{2}{3} + \frac{1}{9{A_R}^2}[X](n-1) + \frac{4}{27{A_R}^4}[Y](n-1)^2},$$

$$\frac{\partial p}{\partial T}\Big/_P = \frac{1}{T},$$

$$\left.\frac{\partial p}{\partial B_\rho}\right/_p = \frac{\frac{4}{9A_R}(n-1) + \frac{4}{27\mathrm{A_R}^3}[-\mathrm{A_R}^2 - 4\mathrm{B_R}](n-1)^2}{\frac{2}{3} + \frac{1}{9A_R{}^2}[X](n-1) + \frac{4}{27\mathrm{A_R}^4}[Y](n-1)^2},$$

$$\left.\frac{\partial p}{\partial C_\rho}\right/_p = \frac{\frac{8}{27\mathrm{A_R}^2}(n-1)^2}{\frac{2}{3} + \frac{1}{9A_R{}^2}[X](n-1) + \frac{4}{27\mathrm{A_R}^4}[Y](n-1)^2},$$

$$\left.\frac{\partial p}{\partial (n-1)}\right/_p = \frac{\frac{2}{3} + \frac{2}{9A_R{}^2}[X](n-1) + \frac{12}{27\mathrm{A_R}^4}[Y](n-1)^2}{\frac{2}{3}(n-1) + \frac{1}{9A_R{}^2}[X](n-1)^2 + \frac{4}{27\mathrm{A_R}^4}[Y](n-1)^3},$$

$$\left.\frac{\partial p}{\partial A_R}\right/_p = \frac{\frac{-2}{3A_R} + \frac{(n-1)}{9\mathrm{A_R}^3}[\mathrm{V}] + \frac{4(n-1)^2}{27\mathrm{A_R}^5}[W]}{\frac{2}{3} + \frac{1}{9A_R{}^2}[X](n-1) + \frac{4}{27\mathrm{A_R}^4}[Y](n-1)^2}.$$

Pour des pressions inférieures à 60 kPa, l'expression (D.1) peut être simplifiée comme suit

$$p = \frac{2RT}{3A_R}(n-1) + \frac{RT}{9A_R{}^3}\left[-A_R{}^2 + 4A_RB_\rho - 4B_R\right](n-1)^2 \cdot \tag{D.3}$$

L'incertitude sur cette équation prend alors la forme

$$up = \sqrt{\left(\frac{\partial p}{\partial A_R}uA_R\right)^2 + \left(\frac{\partial p}{\partial B_R}uB_R\right)^2 + \left(\frac{\partial p}{\partial B_\rho}uB_\rho\right)^2 + \left(\frac{\partial p}{\partial (n-1)}u(n-1)\right)^2 + \left(\frac{\partial p}{\partial T}uT\right)^2} \cdot \tag{D.4}$$

avec

$$\frac{\partial p}{\partial B_R} = \frac{-4RT}{9A_R{}^3}(n-1)^2, \qquad \frac{\partial p}{\partial B_\rho} = \frac{4RT}{9A_R{}^2}(n-1)^2,$$

$$\frac{\partial p}{\partial (n-1)} = \frac{2RT}{3A_R} + \frac{2RT}{9A_R{}^3}\left[-A_R{}^2 + 4A_RB_\rho - 4B_R\right](n-1),$$

$$\frac{\partial p}{\partial T} = \frac{2R}{3A_R}(n-1) + \frac{R}{9A_R{}^3}\left[-A_R{}^2 + 4A_RB_\rho - 4B_R\right](n-1)^2,$$

$$\frac{\partial p}{\partial A_R} = \frac{-2RT(n-1)}{3A_R{}^2}\left[1 + \left[\frac{1}{2A_R{}^2}\left[-A_R{}^2 + 4A_RB_\rho - 4B_R\right] - \frac{1}{6A_R}\left[-2A_R + 4B_\rho\right]\right](n-1)\right].$$

Par conséquent :

$$up = \sqrt{\begin{array}{c}\left(\left[\frac{-2RT(n-1)}{3A_R{}^2}\left[1 + \left[\frac{1}{2A_R{}^2}\left[-A_R{}^2 + 4A_RB_\rho - 4B_R\right] - \frac{1}{6A_R}\left[-2A_R + 4B_\rho\right]\right](n-1)\right]\right]uA_R\right)^2 \\ + \left(\left[\frac{-4RT}{9A_R{}^3}(n-1)^2\right]uB_R\right)^2 + \left(\left[\frac{4RT}{9A_R{}^2}(n-1)^2\right]uB_\rho\right)^2 + \left(\left[\frac{2RT}{3A_R} + \frac{2RT}{9A_R{}^3}\left[-A_R{}^2 + 4A_RB_\rho - 4B_R\right](n-1)\right]u(n-1)\right)^2 \\ + \left(\left[\frac{2R}{3A_R}(n-1) + \frac{R}{9A_R{}^3}\left[-A_R{}^2 + 4A_RB_\rho - 4B_R\right](n-1)^2\right]uT\right)^2\end{array}} \cdot \tag{D.5}$$

# **Annexe E.** Réfractivité de l'air

L'objectif de cette annexe est de présenter les formules d'Edlèn permettant de calculer l'indice de réfraction de l'air, tout en examinant l'évolution historique de ces formules, grâce aux améliorations apportées au fil des années. Cette annexe vient en complément au chapitre 5, qui est dédié à la mesure de pression acoustique de l'air à partir de la mesure de son indice de réfraction.

La connaissance de l'indice de réfraction de l'air, qui est un mélange de gaz, peut s'avérer très importante notamment pour des mesures de longueurs interférométrique en atmosphère libre. Deux techniques sont couramment utilisées pour déterminer cet indice de réfraction [110] :

- l'utilisation d'un réfractomètre placé dans un environnement stable et contrôlé ;
- l'application des formules dérivées par Edlèn [111] ou des mise à jours de ces formules [108,110,114]. Dans ce dernier cas, les paramètres physiques de l'air tels que la pression, la température, l'humidité et parfois la teneur en $CO_2$ sont pris en compte.

L'équation originale d'Edlèn, publiée en 1966, est formulée comme suit [108,110,111,114] :

$$(n-1)_{tp} = \frac{p(n-1)_s}{720{,}775}\frac{[1+p\,(0{,}817-0{,}0133t)\times 10^{-6}]}{[1+0{,}0036610\,t]}. \qquad \text{(E.1)}$$

La valeur de la réfractivité $(n - 1)_{tp}$ à une température et pression donnée se base sur la formule de dispersion pour l'air standard, développée par Edlèn [111], qui s'exprime comme suit :

$$(n-1)_s \times 10^8 = 8342.13 + \frac{2406030}{130 - \left(\frac{1}{\lambda_0}\right)^2} + \frac{15997}{38.9 - \left(\frac{1}{\lambda_0}\right)^2}, \qquad \text{(E.2)}$$

où $\lambda_0$ est la longueur d'onde dans le vide.

Les équations (E.1) et (E.2) sont valables dans le domaine visible et pour l'air standard qui est défini comme de l'air sec, à 288,15 K et 101325 Pa, ayant la composition suivante en pourcentage molaire : 78,09 % d'azote, 20,95 % d'oxygène, 0,93 % d'argon et 0,03 % de dioxyde de carbone [115].

Pour la différence d'indice de réfraction entre l'air humide contenant une pression partielle de vapeur d'eau $f$ (torr) et l'air sec, dans les mêmes conditions atmosphériques (20°C, 700 torr et 200 nm < $\lambda_{vide}$ < 650 nm), Edlèn a dérivé l'expression suivante :

$$(n-1)_{tpf} = (n-1)_{tp} - \left[f \times \left(5{,}722 - 0{,}0457 \times \left(\frac{1}{\lambda_0}\right)^2\right) \times 10^{-8}\right]. \qquad \text{(E.3)}$$

Dans les limites indiquées, l'incertitude absolue à 3σ sur l'indice de réfraction, déterminée à l'aide de ces formules, a été estimée par Edlèn à $5\times10^{-8}$ [111].

Depuis lors, afin de réduire les incertitudes liées à la réfractivité de l'air, plusieurs paramètres atmosphériques ont été pris en compte. Notamment, l'effet de la concentration du taux de $CO_2$, qui, d'après E. Jones, a une incertitude qui approche celle due aux mesures de pression et de température [116]. En 1982, H. Matsumoto a pris en compte les effets de la vapeur d'eau dans le proche infrarouge [117], et ses travaux ont été confirmés dans le visible par Birch et Downs en 1988 [108], ainsi que par J. Beers et T. Doiron en 1992 [118].

Les travaux de Ciddor, datant de 1996, ont abouti à l'un des résultats les plus précis concernant la réfractivité de l'air pour une large gamme de longueurs d'onde [109]. Ils ont été officiellement adoptés comme base d'une nouvelle norme par l'association internationale de géodésie. Contrairement aux travaux d'Edlèn, les formules de Ciddor résultent d'une ré-étude complète du problème. Les formules prennent notamment en compte la vapeur d'eau en se basant sur la définition du BIPM pour la détermination de la masse volumique de l'air humide [119].

L'équation de Ciddor pour la mesure de la réfractivité de l'air humide repose sur l'hypothèse selon laquelle la réfractivité de chaque composant peut être simplement additionnée à celle des autres composants. Cette équation s'exprime de la manière suivante [119] :

$$n - 1 = \frac{\rho_{as}}{\rho_{axs}}(n_{axs} - 1) \times \frac{\rho_w}{\rho_{ws}}(n_{ws} - 1) \cdot \qquad \text{(E.4)}$$

Par conséquent, la réfractivité de l'air sec ($n_{axs}$ - 1) est multipliée par sa masse volumique $\rho_{as}$ par rapport à celle de l'air standard $\rho_{axs}$, et le résultat est ajouté au produit de la réfractivité de la vapeur d'eau pure ($n_{ws}$-1) et de sa masse volumique $\rho_w$ par rapport à la masse volumique de référence $\rho_{ws}$. Dans ce cas, la composante $CO_2$ n'est pas traitée séparément en supposant que chaque molécule de $CO_2$ remplace une molécule de $O_2$, et a la même réfractivité molaire.

Peu de temps après (1998), une nouvelle série de mesures très précises a été publiée par G. Bönsch et E. Potulski, portant sur 4 longueurs d'onde du spectre visible [110]. Leur étude s'est principalement concentrée sur l'évaluation des effets de la vapeur d'eau et de la teneur en $CO_2$, tout en prenant en compte un léger ajustement entre les anciennes échelles pratiques de température et l'échelle ITS-90, qui s'élève à près d'un centième de degré Celsius [119].

L'objectif de leur étude était de fournir une précision maximale pour les conditions de laboratoire en utilisant la formule d'Edlèn. À cet effet, ils se sont concentrés sur une gamme de températures relativement étroite, d'environ 20 °C, et un rapport de mélange de $CO_2$ proche de 400 ppm, où les formules linéaires sont adéquates. Cependant, leurs résultats ne sont pas suffisamment généraux pour être appliqués sur le terrain dans l'atmosphère réelle.

# Bibliographie


[1] Gaiser C, Fellmuth B, Sabuga W. Primary gas-pressure standard from electrical measurements and thermophysical ab initio calculations. Nature Physics 2020;16. https://doi.org/10.1038/s41567-019-0722-2.

[2] Gaiser C, Fellmuth B, Sabuga W. Primary Gas Pressure Standard Passes Next Stress Test. Annalen Der Physik 2022;534:2200336. https://doi.org/10.1002/andp.202200336.

[3] Jousten K, Hendricks J, Barker D, Douglas K, Eckel S, Egan P, et al. Perspectives for a new realization of the pascal by optical methods. Metrologia 2017;54:S146. https://doi.org/10.1088/1681-7575/aa8a4d.

[4] Egan PF, Stone JA, Scherschligt JK, Harvey AH. Measured relationship between thermodynamic pressure and refractivity for six candidate gases in laser barometry. Journal of Vacuum Science & Technology A 2019;37:031603. https://doi.org/10.1116/1.5092185.

[5] AFNOR, « Évaluation des données de mesure – Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure », JCGM 100, Paris, AFNOR, 2008, 121 p. n.d.

[6] AFNOR, «Vocabulaire international de métrologie – Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM) », 3ème édition, JCGM 200, Paris, AFNOR, 2012, 91 p. n.d.

[7] Egan P, Stone JA. Absolute refractometry of dry gas to ±3 parts in $10^9$. Appl Opt, AO 2011;50:3076–86. https://doi.org/10.1364/AO.50.003076.

[8] Egan PF, Stone JA, Ricker JE, Hendricks JH. Comparison measurements of low-pressure between a laser refractometer and ultrasonic manometer. Review of Scientific Instruments 2016;87:053113. https://doi.org/10.1063/1.4949504.

[9] Silander I, Forssén C, Zakrisson J, Zelan M, Axner O. Optical realization of the pascal—Characterization of two gas modulated refractometers. Journal of Vacuum Science & Technology B 2021;39:044201. https://doi.org/10.1116/6.0001042.

[10] Gambette P, Gavioso RM, Madonna Ripa D, Plimmer MD, Sparasci F, Pitre L. Toward the realization of a primary low-pressure standard using a superconducting microwave resonator. Review of Scientific Instruments 2023;94:035112. https://doi.org/10.1063/5.0136857.

[11] Mari D, Pisani M, Francese C. Rayleigh scattering for pressure assessment. Measurement: Sensors 2021;18:100253. https://doi.org/10.1016/j.measen.2021.100253.

[12] Egan PF, Stone JA, Hendricks JH, Ricker JE, Scace GE, Strouse GF. Performance of a dual Fabry–Perot cavity refractometer. Opt Lett, OL 2015;40:3945–8. https://doi.org/10.1364/OL.40.003945.

[13] Egan PF, Stone JA, Ricker JE, Hendricks JH, Strouse GF. Cell-based refractometer for pascal realization. Opt Lett, OL 2017;42:2944–7. https://doi.org/10.1364/OL.42.002944.

[14] Silander I, Hausmaninger T, Zelan M, Axner O. Gas modulation refractometry for high-precision assessment of pressure under non-temperature-stabilized conditions. Journal of Vacuum Science & Technology A 2018;36:03E105. https://doi.org/10.1116/1.5022244.

[15] Zakrisson J, Silander I, Forssén C, Zelan M, Axner O. Procedure for robust assessment of cavity deformation in Fabry–Pérot based refractometers. Journal of Vacuum Science & Technology B 2020;38:054202. https://doi.org/10.1116/6.0000375.

[16] Silvestri Z, Bentouati D, Otal P, Wallerand J-P. Towards an improved helium-based refractometer for pressure measurements. Acta IMEKO 2020;9:305–9. https://doi.org/10.21014/acta_imeko.v9i5.989.

[17] Mari D, Pisani M, Zucco M. Towards the realization of an optical pressure standard. Measurement 2019;132:402–7. https://doi.org/10.1016/j.measurement.2018.09.069.

[18] Takei Y, Telada S, Yoshida H, Bitou Y, Kobata T. Challenges of an optical pressure standard in medium vacuum measurements. Measurement: Sensors 2022;22:100371. https://doi.org/10.1016/j.measen.2022.100371.

[19] Yang Y, Rubin T, Sun J. Characterization of a vacuum pressure standard based on optical refractometry using nitrogen developed at NIM. Vacuum 2021;194:110598. https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2021.110598.

[20] www.bibliopolis.com. The History of the Barometer by W. E. Knowles Middleton on Swan's Fine Books. Swan's Fine Books n.d. https://www.swansfinebooks.com/pages/books/CNFBV139/w-e-knowles-middleton/the-history-of-the-barometer.

[21] Julia Scherschligt; James A. Fedchak; Zeeshan Ahmed; Daniel S. Barker; Kevin Douglass; Stephen Eckel; Edward Hanson; Jay Hendricks; Nikolai Klimov; Thomas Purdy; Jacob Ricker; Robinjeet Singh; Jack Stone. Review Article: Quantum-based vacuum metrology at the National Institute of Standards and Technology: Journal of Vacuum Science & Technology A: Vol 36, No 4 n.d. https://avs.scitation.org/doi/10.1116/1.5033568.

[22] Tilford CR. Three and a Half Centuries Later - The Modern Art of Liquid-Column Manometry. Metrologia 1994;30:545. https://doi.org/10.1088/0026-1394/30/6/001.
[23] Hendricks JH, Olson DA. 1–15,000Pa Absolute mode comparisons between the NIST ultrasonic interferometer manometers and non-rotating force-balanced piston gauges. Measurement 2010;43:664–74. https://doi.org/10.1016/j.measurement.2009.12.031.
[24] KCDB. Https://WwwBipmOrg/Kcdb/Cmc/Search?Domain=PHYSICS&areaId=4&keywords=&specificPartBranch=18&specificPartService=37&specificPartSubService=115&specificPartIndividualService=391&_countries=1&countries=29&publicDateFrom=&publicDateTo=&unit=&minValue=&maxValue=&minUncertainty=&maxUncertainty=#uncert-Equation-32540 n.d.
[25] COFRAC - Comité Français d'Accréditation n.d. https://www.cofrac.fr/?type=30.
[26] Pendrill LR. Refractometry and gas density. Metrologia 2004;41:S40. https://doi.org/10.1088/0026-1394/41/2/S04.
[27] May EF, Pitre L, Mehl JB, Moldover MR, Schmidt JW. Quasi-spherical cavity resonators for metrology based on the relative dielectric permittivity of gases. Review of Scientific Instruments 2004;75:3307–17. https://doi.org/10.1063/1.1791831.
[28] Kragh H. The Lorenz-Lorentz Formula: Origin and Early History. Substantia 2018;2:7–18. https://doi.org/10.13128/Substantia-56.
[29] Achtermann HJ, Magnus G, Bose TK. Refractivity virial coefficients of gaseous $CH_4$ , $C_2H_4$ , $C_2H_6$ , $CO_2$ , $SF_6$ , $H_2$ , $N_2$ , He, and Ar. The Journal of Chemical Physics 1991;94:5669–84. https://doi.org/10.1063/1.460478.
[30] The density dependence of the refractivity of gases | Proceedings of the Royal Society of London. A. Mathematical and Physical Sciences n.d. https://royalsocietypublishing.org/doi/10.1098/rspa.1974.0049.
[31] Jaeschke M, Hinze HM, Achtermann HJ, Magnus G. PVT data from burnett and refractive index measurements for the nitrogen—hydrogen system from 270 to 353 K and pressures to 30 MPa. Fluid Phase Equilibria 1991;62:115–39. https://doi.org/10.1016/0378-3812(91)87010-7.
[32] Hourri A, St-Arnaud JM, Bose TK. Dielectric and pressure virial coefficients of imperfect gases: $CO_2$ – $SF_6$ mixtures. The Journal of Chemical Physics 1997;106:1780–5. https://doi.org/10.1063/1.473317.
[33] Puchalski M, Piszczatowski K, Komasa J, Jeziorski B, Szalewicz K. Theoretical determination of the polarizability dispersion and the refractive index of helium. Phys Rev A 2016;93:032515. https://doi.org/10.1103/PhysRevA.93.032515.
[34] Abramowitz M, Stegun IA, editors. Handbook of Mathematical Functions: with Formulas, Graphs, and Mathematical Tables. 0009-Revised edition ed. New York, NY: Dover Publications; 1965.
[35] Mohr PJ, Newell DB, Taylor BN, Tiesinga E. Data and analysis for the CODATA 2017 special fundamental constants adjustment*. Metrologia 2018;55:125. https://doi.org/10.1088/1681-7575/aa99bc.
[36] White DR, Fischer J. The Boltzmann constant and the new kelvin. Metrologia 2015;52:S213. https://doi.org/10.1088/0026-1394/52/5/S213.
[37] Cencek W, Przybytek M, Komasa J, Mehl JB, Jeziorski B, Szalewicz K. Effects of adiabatic, relativistic, and quantum electrodynamics interactions on the pair potential and thermophysical properties of helium. J Chem Phys 2012;136:224303. https://doi.org/10.1063/1.4712218.
[38] Moldover MR, McLinden MO. Using ab initio "data" to accurately determine the fourth density virial coefficient of helium. The Journal of Chemical Thermodynamics 2010;42:1193–203. https://doi.org/10.1016/j.jct.2010.02.015.
[39] Garberoglio G, Gaiser C, Gavioso RM, Harvey AH, Hellmann R, Jeziorski B, et al. Ab initio Calculation of Fluid Properties for Precision Metrology. Journal of Physical and Chemical Reference Data 2023;52:031502. https://doi.org/10.1063/5.0156293.
[40] LNE Uncertainty : logiciel d'évaluation des incertitudes de mesure | LNE, Laboratoire national de métrologie et d'essais n.d. https://www.lne.fr/fr/logiciel/lne-uncertainty-logiciel-evaluation-incertitudes-mesure.
[41] Rourke PMC. Perspective on the Refractive-Index Gas Metrology Data Landscape. Journal of Physical and Chemical Reference Data 2021;50:033104. https://doi.org/10.1063/5.0055412.
[42] Avdiaj S, Yang Y, Jousten K, Rubin T. Note: Diffusion constant and solubility of helium in ULE glass at 23 °C. J Chem Phys 2018;148:116101. https://doi.org/10.1063/1.5019015.
[43] Garberoglio G, Harvey AH. Path-Integral Calculation of the Second Dielectric and Refractivity Virial Coefficients of Helium, Neon, and Argon. NIST 2020;125.
[44] Garberoglio G, Harvey AH, Jeziorski B. Path-integral calculation of the third dielectric virial coefficient of noble gases. The Journal of Chemical Physics 2021;155:234103. https://doi.org/10.1063/5.0077684.
[45] Coulon R, Montixi G, Occelli R. Détermination expérimentale des coefficients du viriel de la réfractivité des gaz : étude de l'argon. Can J Phys 1981;59:1555–9. https://doi.org/10.1139/p81-204.

[46] Montixi G, Coulon R, Occelli R. Coefficients du viriel de la réfractivité de l'azote a 25 °C. Can J Phys 1983;61:473–9. https://doi.org/10.1139/p83-059.
[47] Moldover MR. Can a Pressure Standard be Based on Capacitance Measurements? J Res Natl Inst Stand Technol 1998;103:167–75. https://doi.org/10.6028/jres.103.011.
[48] Heydemann PLM, Tilford CR, Hyland RW. Ultrasonic manometers for low and medium vacua under development at the National Bureau of Standards. Journal of Vacuum Science and Technology 1977;14:597–605. https://doi.org/10.1116/1.569158.
[49] Stone JA, Stejskal A. Using helium as a standard of refractive index: correcting errors in a gas refractometer. Metrologia 2004;41:189–97. https://doi.org/10.1088/0026-1394/41/3/012.
[50] Schmidt JW, Gavioso RM, May EF, Moldover MR. Polarizability of Helium and Gas Metrology. Phys Rev Lett 2007;98:254504. https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.98.254504.
[51] Puchalski M, Szalewicz K, Lesiuk M, Jeziorski B. QED calculation of the dipole polarizability of helium atom. Physical Review A: General Physics 2020;101:022505. https://doi.org/10.1103/PhysRevA.101.022505.
[52] Pachucki K, Puchalski M. Refractive index and generalized polarizability. Phys Rev A 2019;99:041803. https://doi.org/10.1103/PhysRevA.99.041803.
[53] Achtermann HJ, Hong JG, Magnus G, Aziz RA, Slaman MJ. Experimental determination of the refractivity virial coefficients of atomic gases. Journal of Chemical Physics 1993;98:2308–18. https://doi.org/10.1063/1.464212.
[54] Czachorowski P, Przybytek M, Lesiuk M, Puchalski M, Jeziorski B. Second virial coefficients for Helium-4 and Helium-3 from an accurate relativistic interaction potential. Phys Rev A 2020;102:042810. https://doi.org/10.1103/PhysRevA.102.042810.
[55] Garberoglio G, Moldover MR, Harvey AH. Improved First-Principles Calculation of the Third Virial Coefficient of Helium. J Res Natl Inst Stand Technol 2011;116:729–42. https://doi.org/10.6028/jres.116.016.
[56] Garberoglio G, Moldover MR, Harvey AH. Erratum: Improved First-Principles Calculation of the Third Virial Coeffcient of Helium. J Res Natl Inst Stand Technol 2020;125:125019. https://doi.org/10.6028/jres.125.019.
[57] Cencek W, Garberoglio G, Harvey AH, McLinden MO, Szalewicz K. Three-Body Nonadditive Potential for Argon with Estimated Uncertainties and Third Virial Coefficient. J Phys Chem A 2013;117:7542–52. https://doi.org/10.1021/jp4018579.
[58] Buldakov MA, Matrosov II, Cherepanov VN. Temperature Dependence of Polarizability of Diatomic Homonuclear Molecules. Optics and Spectroscopy 2000;89:37–41. https://doi.org/10.1134/BF03355985.
[59] Jousten K. A unit for nothing. Nat Phys 2019;15:618–618. https://doi.org/10.1038/s41567-019-0530-8.
[60] Peck ER, Khanna BN. Dispersion of Nitrogen*. J Opt Soc Am, JOSA 1966;56:1059–63. https://doi.org/10.1364/JOSA.56.001059.
[61] Andersson M, Eliasson L, Pendrill LR. Compressible Fabry-Perot refractometer. Appl Opt 1987;26:4835–40. https://doi.org/10.1364/AO.26.004835.
[62] Stone JA, Stejskal A. Using helium as a standard of refractive index: correcting errors in a gas refractometer. Metrologia 2004;41:189. https://doi.org/10.1088/0026-1394/41/3/012.
[63] Heard DE, editor. Analytical Techniques for Atmospheric Measurement. Oxford, UK: Blackwell Publishing; 2006. https://doi.org/10.1002/9780470988510.
[64] Ruth A, Dixneuf S, Raghunandan R. Broadband Cavity-Enhanced Absorption Spectroscopy with Incoherent Light. Springer Series in Optical Sciences, vol. 179, 2014, p. 485–517. https://doi.org/10.1007/978-3-642-40003-2-14.
[65] Atherton PD, Reay NK, Ring J, Hicks TR. Tunable Fabry-Perot Filters. OE 1981;20:806–14. https://doi.org/10.1117/12.7972819.
[66] Milonni PW, Eberly JH. Lasers. New York: Wiley; 1988.
[67] Koks C, Exter MP van. Microcavity resonance condition, quality factor, and mode volume are determined by different penetration depths. Opt Express, OE 2021;29:6879–89. https://doi.org/10.1364/OE.412346.
[68] Forssén C, Silander I, Zakrisson J, Zelan M, Axner O. Fabry–Perot-cavity-based refractometry without influence of mirror penetration depth. Journal of Vacuum Science & Technology B 2021;39:065001. https://doi.org/10.1116/6.0001501.
[69] Silander I, Zakrisson J, Oliveira VS de, Forssén C, Foltynowicz A, Rubin T, et al. In situ determination of the penetration depth of mirrors in Fabry-Perot refractometers and its influence on assessment of refractivity and pressure. Opt Express, OE 2022;30:25891–906. https://doi.org/10.1364/OE.463285.
[70] Egan PF. Capability of commercial trackers as compensators for the absolute refractive index of air. Precision Engineering 2022;77:46–64. https://doi.org/10.1016/j.precisioneng.2022.04.011.
[71] Lawall JR. Fabry–Perot metrology for displacements up to 50 mm. J Opt Soc Am A, JOSAA 2005;22:2786–98. https://doi.org/10.1364/JOSAA.22.002786.

[72] Bitarafan MH, DeCorby RG. On-Chip High-Finesse Fabry-Perot Microcavities for Optical Sensing and Quantum Information. Sensors 2017;17:1748. https://doi.org/10.3390/s17081748.
[73] de Brito FCV, da Paz IG, Hiller B, Araujo JB, Sampaio M. Gouy phase of type-I SPDC-generated biphotons. Physics Letters A 2021;386:126989. https://doi.org/10.1016/j.physleta.2020.126989.
[74] Silvestri Z, Boineau F, Otal P, Wallerand J-P. Helium-Based Refractometry for Pressure Measurements in the Range 1–100 kPa. 2018 Conference on Precision Electromagnetic Measurements (CPEM 2018), 2018, p. 1–2. https://doi.org/10.1109/CPEM.2018.8501259.
[75] Cocheteau N, Maurel-Pantel A, Lebon F, Mazerolle F, Rosu I, Ait-Zaid S, et al. Influence of roughness on mechanical strength of direct bonded silica and Zerodur glasses. International Journal of Adhesion and Adhesives 2016;68:87–94. https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2016.02.006.
[76] Jungner P, Eickhoff M, Swartz S, Ye J, Hall J, Waltman S. Stability and absolute frequency of molecular iodine transitions near 532 nm. Proceedings of SPIE - The International Society for Optical Engineering 1995. https://doi.org/10.1117/12.208229.
[77] Forssén C, Silander I, Zakrisson J, Axner O, Zelan M. The Short-Term Performances of Two Independent Gas Modulated Refractometers for Pressure Assessments. Sensors 2021;21:6272. https://doi.org/10.3390/s21186272.
[78] Legero T, Kessler T, Sterr U. Tuning the thermal expansion properties of optical reference cavities with fused silica mirrors. J Opt Soc Am B, JOSAB 2010;27:914–9. https://doi.org/10.1364/JOSAB.27.000914.
[79] Takei Y, Arai K, Yoshida H, Bitou Y, Telada S, Kobata T. Development of an optical pressure measurement system using an external cavity diode laser with a wide tunable frequency range. Measurement 2020;151:107090. https://doi.org/10.1016/j.measurement.2019.107090.
[80] Yang Y, Rubin T. Simulation of pressure induced length change of an optical cavity used for optical pressure standard. J Phys: Conf Ser 2018;1065:162003. https://doi.org/10.1088/1742-6596/1065/16/162003.
[81] Zakrisson J, Silander I, Forssén C, Silvestri Z, Mari D, Pasqualin S, et al. Simulation of pressure-induced cavity deformation – the 18SIB04 Quantumpascal EMPIR project. Acta IMEKO 2020;9:281–6. https://doi.org/10.21014/acta_imeko.v9i5.985.
[82] Song HW, Kim JH, Woo SY. Development of a refractive index measurement system for vacuum pressure measurement. J Korean Phys Soc 2021;78:124–9. https://doi.org/10.1007/s40042-020-00012-y.
[83] Silander I, Forssén C, Zakrisson J, Zelan M, Axner O. Invar-based refractometer for pressure assessments. Opt Lett, OL 2020;45:2652–5. https://doi.org/10.1364/OL.391708.
[84] Xu B, Liu YM, Wang DN, Li JQ. Fiber Fabry–Pérot Interferometer for Measurement of Gas Pressure and Temperature. Journal of Lightwave Technology 2016;34:4920–5. https://doi.org/10.1109/JLT.2016.2598573.
[85] Drever RWP, Hall JL, Kowalski FV, Hough J, Ford GM, Munley AJ, et al. Laser phase and frequency stabilization using an optical resonator. Appl Phys B 1983;31:97–105. https://doi.org/10.1007/BF00702605.
[86] Silander I, Hausmaninger T, Forssén C, Zelan M, Axner O. Gas equilibration gas modulation refractometry for assessment of pressure with sub-ppm precision. Journal of Vacuum Science & Technology B 2019;37:042901. https://doi.org/10.1116/1.5090860.
[87] Axner O, Forssén C, Silander I, Zakrisson J, Zelan M. Ability of gas modulation to reduce the pickup of drifts in refractometry. J Opt Soc Am B, JOSAB 2021;38:2419–36. https://doi.org/10.1364/JOSAB.420982.
[88] Rubin T, Silander I, Zakrisson J, Hao M, Forssén C, Asbahr P, et al. Thermodynamic effects in a gas modulated Invar-based dual Fabry–Pérot cavity refractometer. Metrologia 2022;59:035003. https://doi.org/10.1088/1681-7575/ac5ef9.
[89] Picard S, Robertsson L, Ma L-S, Nyholm K, Merimaa M, Ahola TE, et al. Comparison of $^{127}I_2$-stabilized frequency-doubled Nd:YAG lasers at the Bureau International des Poids et Mesures. Appl Opt, AO 2003;42:1019–28. https://doi.org/10.1364/AO.42.001019.
[90] Ricker J, Douglass KO, Hendricks J, White S, Syssoev S. Determination of distortion corrections for a fixed length optical cavity pressure standard. Measurement: Sensors 2021;18:100286. https://doi.org/10.1016/j.measen.2021.100286.
[91] Rodríguez de Marcos L, Larruquert JI, Méndez JA, Aznárez JA. Self-consistent optical constants of SiO2 and Ta2O5 films 2016. https://doi.org/10.13039/501100003329.
[92] Ricker J, Douglass KO, Syssoev S, Stone J, Avdiaj S, Hendricks JH. Transient heating in fixed length optical cavities for use as temperature and pressure standards. Metrologia 2021;58:035003. https://doi.org/10.1088/1681-7575/abe8e0.
[93] Le Pichon A, Herry P, Mialle P, Vergoz J, Brachet N, Garcés M, et al. Infrasound associated with 2004–2005 large Sumatra earthquakes and tsunami. Geophysical Research Letters 2005;32. https://doi.org/10.1029/2005GL023893.

[94] CTBTO preparatory commission. Operation manual for infrasound monitoring and the international exchange of infrasound data. CTBTO report, CTBT/WGB/TL- 11/4/Rev.10, 2004. n.d.
[95] Vincent P, Rodrigues D, Larsonnier F, Guianvarc'h C, Durand S. Acoustic transfer admittance of cylindrical cavities in infrasonic frequency range. Metrologia 2018;56:015003. https://doi.org/10.1088/1681-7575/aaee28.
[96] IEC 61094-2:2009 2009 Measurement microphones-Part 2: primary method for the pressure calibration of laboratory standard microphones by the reciprocity method (IEC Standard) n.d.
[97] Guianvarc'h C. La cavité de couplage acoustique dans la méthode de réciprocité : modèles analytiques pour l'étalonnage des microphones et la mesure d'impédances de petits composants. These de doctorat. Le Mans, 2005.
[98] Barham R, Goldsmith M. The application of the NPL laser pistonphone to the international comparison of measurement microphones. Metrologia 2007;44:210. https://doi.org/10.1088/0026-1394/44/3/007.
[99] Rodrigues D, Vincent P, Barham R, Larsonnier F, Durand S. A laser pistonphone designed for absolute calibration of infrasound sensors from 10 mHz up to 20 Hz. Metrologia 2022;60:015004. https://doi.org/10.1088/1681-7575/aca0f3.
[100] BIPM. Strategy 2021 to 2031, Consultative Committee for Acoustics, Ultrasound, and Vibration (CCAUV). BIPM report, 2022. n.d.
[101] Vincent P. Développement d'un étalon de pression acoustique de référence et d'une méthode d'étalonnage associée pour l'étalonnage de capteurs infrasonores à 1 Hz. These de doctorat. Le Mans, 2018.
[102] Kaniak G, Rohringer W, Brauns M, Panzer N, Lücking F, Fischer B, et al. Enhanced non-contact ultrasonic testing using an air-coupled optical microphone. 2020 IEEE SENSORS, 2020, p. 1–4. https://doi.org/10.1109/SENSORS47125.2020.9278623.
[103] Chanu-Rigaldies S, Lecomte P, Ollivier S, Castelain T. Sensitivity of an optical feedback interferometer for acoustic waves measurements. JASA Express Lett 2023;3:102801. https://doi.org/10.1121/10.0021317.
[104] Rezki A, Silvestri Z, Wallerand J-P, Guianvarc'h C, Himbert M. Low frequency acoustic pressure meaurements based on a Fabry-Perot refractometer, Imeko; 2022, p. 1. https://doi.org/10.21014/tc16-2022.008.
[105] M. Bruneau, T. Scelo (translator and contributor), Fundamentals of Acoustics, ISTE (UK, USA), (2006)., ISBN 9781905209255. Fundamentals of Acoustics - ISTE n.d. http://www.iste.co.uk/book.php?id=82.
[106] Gerber H. Acoustic Properties of Fluid-Filled Chambers at Infrasonic Frequencies in the Absence of Convection. The Journal of the Acoustical Society of America 2005;36:1427–34. https://doi.org/10.1121/1.1919219.
[107] IEC 61094-2:2009/AMD1:2022 | IEC Webstore n.d. https://webstore.iec.ch/publication/67521.
[108] Birch KP, Downs MJ. An updated Edlen equation for the refractive index of air. Metrologia 1993;30:155–62.
[109] Ciddor PE. Refractive index of air: new equations for the visible and near infrared. Appl Opt, AO 1996;35:1566–73. https://doi.org/10.1364/AO.35.001566.
[110] Bonsch G, Potulski E. Measurement of the refractive index of air and comparison with modified Edl n's formulae. Metrologia 1998;35:133–9. https://doi.org/10.1088/0026-1394/35/2/8.
[111] Edlén B. The Refractive Index of Air. Metrologia 1966;2:71. https://doi.org/10.1088/0026-1394/2/2/002.
[112] Rasmussen K. The static pressure and temperature coefficients of laboratory standard microphones. Metrologia 1999;36:265–73.
[113] Szwemin P. How to characterize gas in high vacuum? Vacuum 2007;82:174–7. https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2007.07.038.
[114] Birch KP, Downs MJ. Correction to the Updated Edlén Equation for the Refractive Index of Air. Metrologia 1994;31:315. https://doi.org/10.1088/0026-1394/31/4/006.
[115] Owens JC. Optical refractive index of air: dependence on pressure, temperature and composition. Appl Opt 1967;6:51–9. https://doi.org/10.1364/AO.6.000051.
[116] Jones FE. The Refractivity of Air. J Res Natl Bur Stand (1977) 1981;86:27–32. https://doi.org/10.6028/jres.086.002.
[117] Matsumoto H. The Refractive Index of Moist Air in the 3-µm Region. Metrologia 1982;18:49. https://doi.org/10.1088/0026-1394/18/2/001.
[118] Beers J, Doiron T. Verification of Revised Water Vapour Correction to the Index of Refraction of Air. Metrologia 1992;29:315. https://doi.org/10.1088/0026-1394/29/4/008.
[119] Refractivity of Air n.d. https://aty.sdsu.edu/explain/atmos_refr/air_refr.html.