

BUREAU INTERNATIONAL DES POIDS ET MESURES

LE NETTOYAGE-LAVAGE DES PROTOTYPES DU KILOGRAMME AU BIPM

THE WASHING AND CLEANING OF KILOGRAM PROTOTYPES AT THE BIPM

G. GIRARD



1990

Pavillon de Breteuil F-92310 SEVRES

La procédure de nettoyage et de lavage des prototypes
du kilogramme en platine iridié utilisée au
Bureau international des poids et mesures

*The procedure for cleaning and washing
platinum-iridium kilogram prototypes used at
the Bureau International des Poids et Mesures*

LA PROCEDURE DE NETTOYAGE ET DE LAVAGE
DES PROTOTYPES DU KILOGRAMME EN PLATINE IRIDIE
UTILISEE AU BUREAU INTERNATIONAL DES POIDS ET MESURES

par G. GIRARD

1. Introduction

"L'unité de masse est le kilogramme. Le kilogramme est la masse du prototype international du kilogramme".

Cette définition est assez vague et il est intéressant de connaître comment elle a été interprétée.

Le prototype international a été utilisé pour la première fois en 1888, puis en 1939 et 1946 pour la 2^e vérification périodique des prototypes nationaux du kilogramme et récemment en 1988-1989. A l'origine, entre 1882 et 1889, les 40 premiers prototypes fabriqués à partir de l'alliage Johnson-Matthey ont été comparés entre eux dans un grand nombre de combinaisons, puis comparés individuellement au prototype international. A cette époque, avant d'entrer dans les comparaisons définitives, tous ces prototypes ont été lavés aux vapeurs d'alcool et d'eau et séchés sous une cloche où l'on avait placé de la potasse caustique anhydre. Ce lavage s'effectuait à l'aide de l'appareil de la figure 1. On envoyait alternativement un jet de vapeur d'alcool et un jet de vapeur d'eau.

Après 1889, lors des comparaisons de prototypes, le lavage n'a plus été utilisé mais remplacé soit par un époussetage, soit par un nettoyage ; nous ne connaissons pas les raisons de cet abandon. Cette méthode a été en usage jusqu'en 1939, au début de la 2^e vérification périodique des prototypes nationaux.

Je voudrais rappeler au passage que la 1^{re} vérification des prototypes nationaux a eu lieu entre 1899 et 1910 avec un petit nombre de prototypes sans faire intervenir le prototype international.

En 1939 le nettoyage s'effectuait en frottant la surface des étalons avec une peau de chamois imbibée d'abord d'alcool puis d'essence redistillée. Ces comparaisons ont été stoppées par la guerre ; les résultats acquis étaient inattendus. La période de la guerre a été mise à profit pour revoir la question du nettoyage des étalons et pour faire une étude sur le lavage tel qu'il était pratiqué à l'origine. La conclusion a été la mise au point d'une technique associant nettoyage et lavage à la vapeur d'eau [1].

Des nombreuses comparaisons faites sur quelques prototypes on en a déduit que les nettoyages à la benzine et à l'alcool, quoique efficaces pour éliminer les matières étrangères déposées ou adhérentes à la surface, n'étaient pas suffisants et qu'un lavage à la vapeur d'eau permettait d'enlever les résidus des dissolvants. Il a donc été admis à cette époque que le lavage à la vapeur d'eau devait être remis en usage après le nettoyage.

Après la guerre, en 1946, la 2^e vérification des prototype nationaux a repris et le prototype international a de nouveau été comparé à ses témoins et aux étalons d'usage du BIPM après avoir été tous nettoyés puis lavés à la vapeur d'eau.

Depuis, tous les prototypes qui sont revenus au BIPM pour y être vérifiés ont été soumis à ce nettoyage et à ce lavage. L'essence redistillée a été remplacée par le benzène qui, à cause de sa toxicité, a été supprimé il y a quelques années. Le nettoyage se fait maintenant uniquement à l'aide d'un mélange à part égales d'alcool et d'éther.

2. Procédure actuelle de nettoyage et de lavage

Quelle est la procédure de nettoyage et de lavage actuellement employée au BIPM ? Pour le nettoyage on utilise des peaux de chamois que l'on fait tremper 48 heures dans un mélange à parts égales d'alcool et d'éther pour y dissoudre tout ce qui pourrait ultérieurement se déposer sur les étalons. Ces morceaux de peaux sont essorés et un deuxième trempage voir un troisième sont nécessaires pour nettoyer correctement les peaux. Lors du nettoyage des étalons, ceux-ci sont frottés assez énergiquement (correspondant à une pression de l'ordre de 10 kPa) sur toute leur surface à l'aide de morceaux de peau de chamois imbibés de mélange alcool-éther.

Le lavage à la vapeur d'eau qui suit le nettoyage s'effectue avec le dispositif de la figure 2. Un ballon en pyrex (B) contenant 1 l d'eau bidistillée est rempli aux 3/4. Il est chauffé par un chauffe-ballon d'une puissance de 350 W. A l'ébullition, la vapeur est dirigée vers l'étalon (E) par un tube qui se termine par une faible ouverture de 2 mm environ de diamètre. L'étalon est posé sur un disque (D) en platine iridié logé dans une cuvette (C) au sommet d'un trépied dont la partie supérieure peut tourner autour d'un axe vertical et se déplacer verticalement sur plusieurs centimètres.

Le jet de vapeur, avec un débit d'environ 0,5 l/h, est d'abord envoyé sur l'une des bases de l'étalon qui peut tourner autour de son axe vertical ; ce jet est dirigé successivement sur toutes les parties de la surface. Après quelques minutes, ce jet balaye la surface cylindrique de l'étalon qui peut également être déplacé verticalement. Le tube effilé en verre reste à 5 mm environ de la surface du prototype.

Après quinze à vingt minutes on arrête le lavage de cette surface. L'eau condensée sur la surface du prototype qui ne s'est pas écoulée est alors absorbée avec du papier filtre dont la tranche est mise au contact de chaque goutte. On peut également chasser cette eau par un jet de gaz propre.

On retourne ensuite l'étalon pour le poser sur la base, déjà lavée. On continue le lavage par la deuxième base de l'étalon et on termine par un nouveau lavage de la surface cylindrique. On élimine encore les dernières gouttes d'eau. Actuellement, au

BIPM, la durée totale du lavage est de l'ordre de cinquante minutes. Il va sans dire que le disque D est soumis au préalable au même nettoyage et au même lavage que l'étalon de masse.

Le prototype reste ensuite stocké sur son support à cloche.

Les figures 3 à 12 illustrent les différentes phases du nettoyage et du lavage.

3. Effet du nettoyage-lavage

Depuis au moins 25 ans, tous les prototypes soumis à notre vérification ont été comparés à nos prototypes d'usage courant avant et après nettoyage-lavage. Mais ce n'est qu'à partir de 1973, époque à laquelle nous avons pu commencer des comparaisons de prototypes avec la balance NBS-2, que nous avons pu déterminer à quelques microgrammes près, mieux maintenant, l'effet de ces deux traitements. La diminution de masse en fonction du nombre d'années écoulées entre deux nettoyages-lavages est indiquée sur la figure 13. Cet effet est bien sûr fonction des conditions de conservation de l'étalon et de la qualité de sa surface. Mais rentre aussi en compte l'usage (intensif) qui a été fait de cet étalon qui peut peut-être augmenter cet effet.

A partir des points • on a tracé une droite moyenne de pente de - 1 microgramme par an mais on constate qu'elle ne passe pas par l'origine. A noter la présence des cercles o qui désignent les prototypes dont l'état de surface n'est pas bon. Les croix + représentent le prototype international et les témoins ; ils se placent bien parmi les autres. Le fait que cette droite ne passe pas par l'origine tente à prouver que la pollution de la surface est plus rapide au début, après un nettoyage-lavage. Une étude entreprise en 1989 sur le prototype international, les prototypes N^{os} 7, 67 et 73 a indiqué en effet que leur masse a augmenté d'environ 1 microgramme par mois dans les 3 à 4 premiers mois après leur nettoyage-lavage comme l'indique la figure 14. C'est pour cette raison que les prototypes nationaux devront être de nouveau nettoyés et lavés avant d'être comparés à d'autres étalons, à leur retour dans les laboratoires respectifs, afin de retrouver leur masse déterminée précédemment au BIPM.

Un nettoyage suivi d'un lavage sont-ils toujours suffisants pour enlever toute la pollution à la surface de l'étalon, au niveau du microgramme ? On peut répondre qu'il est nécessaire d'effectuer en général deux nettoyages-lavages. N'est-il pas dangereux pour un prototype de répéter souvent un tel traitement ? La réponse est venue d'une étude faite en 1974 sur un prototype qui venait d'être ajusté. Après les 2 ou 3 premiers nettoyages-lavages destinés à éliminer les traces du lubrifiant d'usinage, on a répété plusieurs fois ces traitements en augmentant très nettement la pression exercée avec la peau de chamois sur la surface du prototype lors du nettoyage : la masse de celui-ci est restée stable à l'intérieur des incertitudes de pesée. En conséquence, le prototype international et les témoins, au début de la 3^e vérification périodique des prototypes nationaux, ont été comparés à deux étalons pris comme référence après chacun des deux nettoyages-lavages auxquels ils ont été soumis. Le résultat est indiqué à la figure 15. Le premier nettoyage-lavage enlève environ 90 % de ce qui est déposé à la surface. Si le second nettoyage-lavage n'enlève que quelques microgrammes, un troisième nettoyage-lavage n'a pratiquement aucune efficacité (voir le second nettoyage-lavage du prototype N^o 25).

En ce qui concerne la comparaison des prototypes nationaux proprement dite, on a décidé d'effectuer d'office deux nettoyages-lavages car une comparaison après le premier nettoyage-lavage accroîterait sensiblement la quantité de travail pour n'en tirer qu'une information non essentielle.

Bibliographie

[1] BONHOURE A., *BIPM Proc.-verb. Com. int. poids et mesures*, 20, 1946, pp. 171-178.

Octobre 1990

Légende des figures

1. Appareil utilisé entre 1882 et 1889 pour le lavage des prototypes en platine iridié. Les vapeurs d'eau et d'alcool étaient alternativement dirigées vers le prototype.
2. Schéma de l'appareil actuel utilisé pour le lavage des prototypes.
E : prototype ; B : ballon en pyrex de 1 litre contenant l'eau bidistillée ;
C : cuvette recueillant l'eau de condensation avant son écoulement ;
D : disque en platine iridié sur lequel repose le prototype.
3. Nettoyage d'un prototype à l'aide d'une peau de chamois imbibée d'un mélange à parts égales d'alcool et d'éther.
Nettoyage d'une base.
4. Nettoyage d'un prototype à l'aide d'une peau de chamois imbibée d'un mélange à parts égales d'alcool et d'éther.
Nettoyage de la surface cylindrique.
5. Lavage du disque (D) en platine iridié reposant dans la cuvette (C).
6. Manipulation d'un prototype avec une pince dont les patins garnis de peau de chamois sont recouverts de papier (papier d'essuyage pour optique)
7. Vue d'ensemble de l'appareillage.
8. Lavage d'une base d'un prototype.
9. Lavage de la surface cylindrique d'un prototype.
10. Elimination par un jet de gaz propre des dernières gouttes d'eau condensées.
11. Après le lavage, le prototype est posé sur un disque en pyrex.
12. Le prototype est conservé sous une cloche.
13. Changement de masse Δm causé par le nettoyage-lavage des prototypes en platine iridié en fonction du nombre d'années écoulées depuis le dernier nettoyage-lavage. Les cercles O représentent les prototypes ayant un état de surface de mauvaise qualité. Les croix + représentent le prototype international et les témoins.
14. Augmentation de masse Δm en fonction du nombre de jours, du prototype international et des prototypes N^{os} 7, 67 et 73 après nettoyage et lavage. Les points marqués A et B indiquent le moment où l'étalon a été respectivement placé dans la balance ou retiré de celle-ci ; C est la correction appliquée à la masse du prototype N° 73 pour tenir compte de l'augmentation supplémentaire de sa masse due au fait qu'il a été conservé, non couvert, sous une hotte à flux laminaire. Les barres verticales représentent l'incertitude de type A sur la valeur de la masse.
15. Variation de masse Δm observée après chacun des nettoyages-lavages de \mathcal{H} , de ses six témoins et du prototype N° 25.

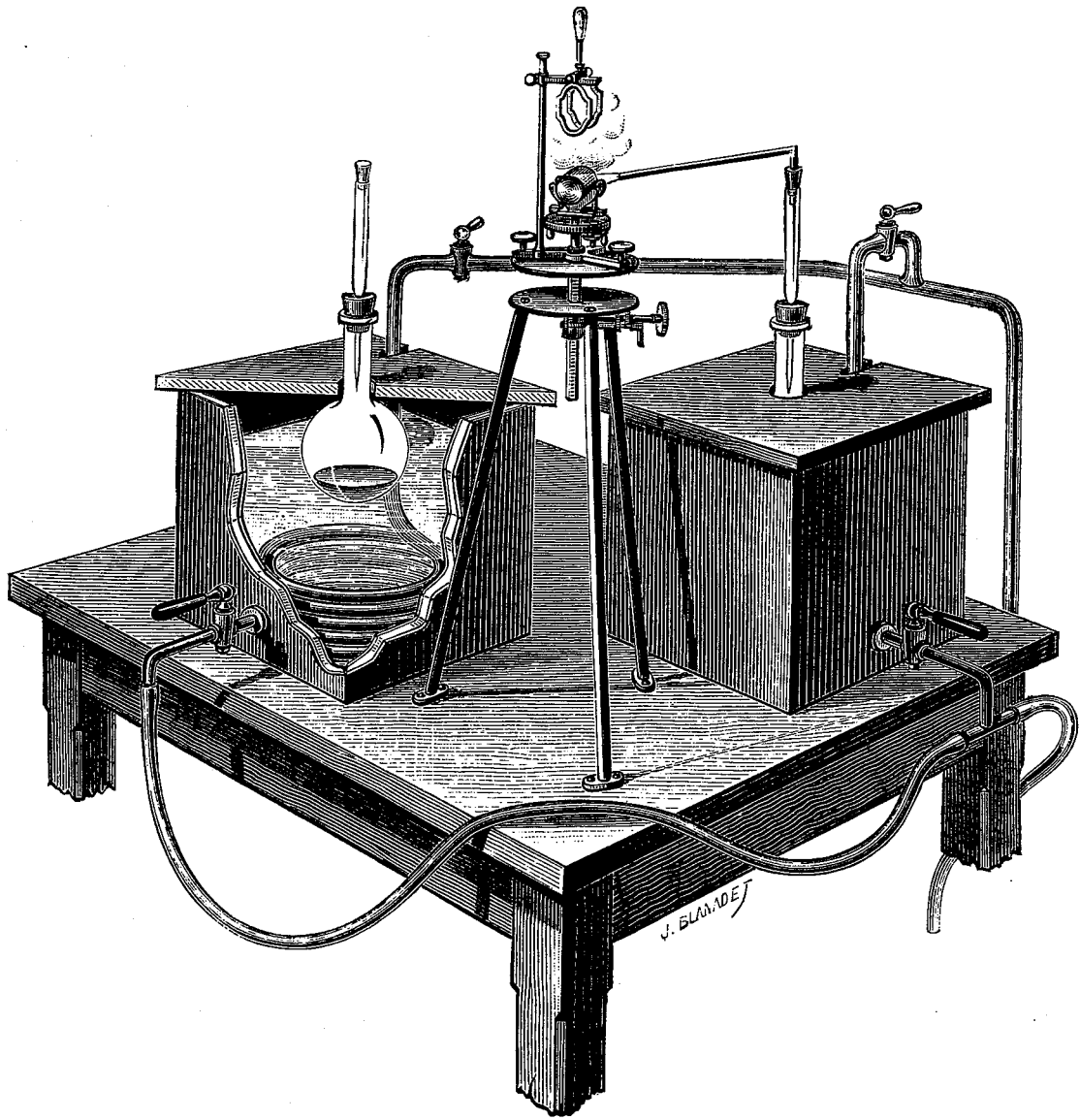


Figure 1

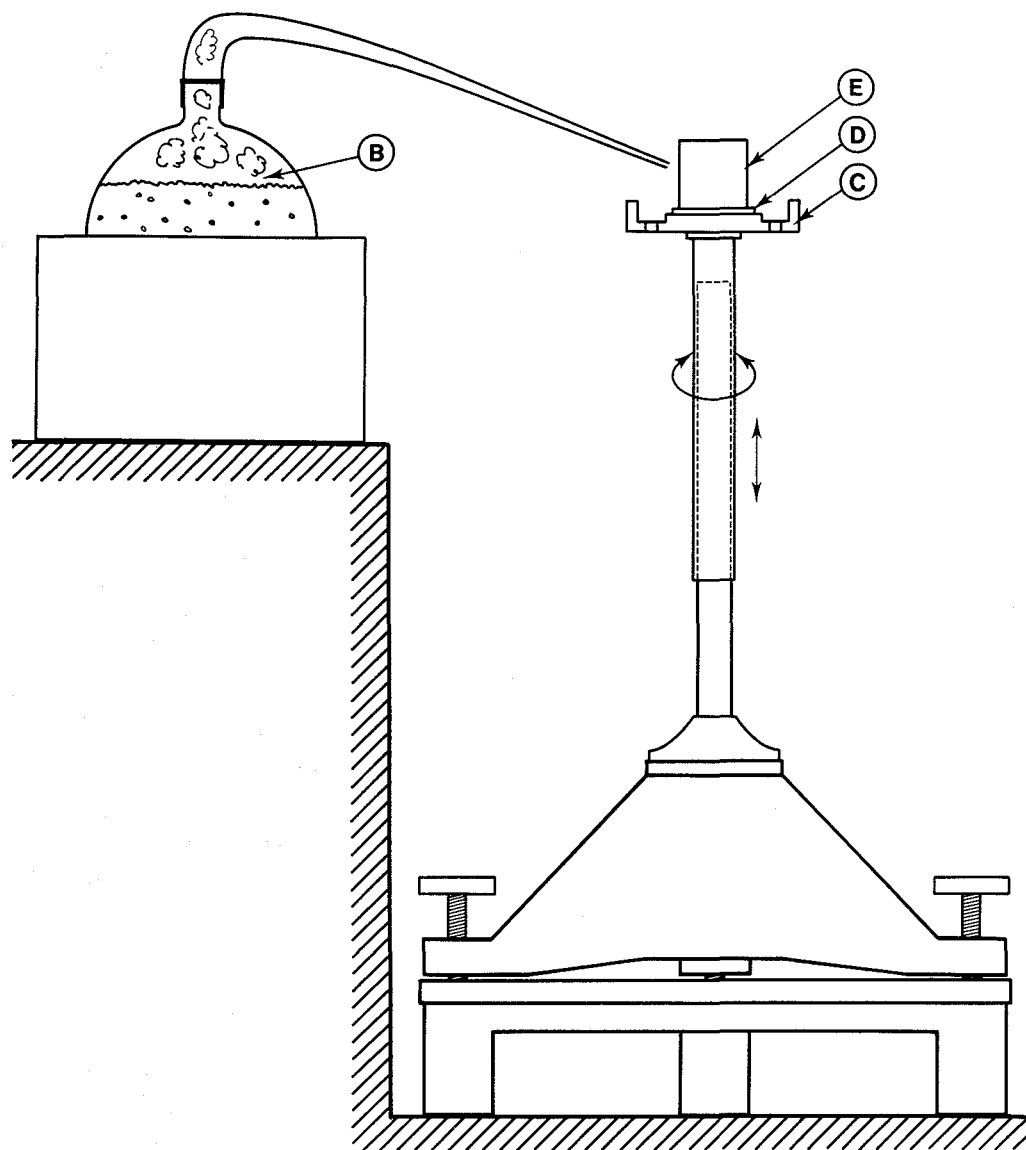


Figure 2



Figure 3

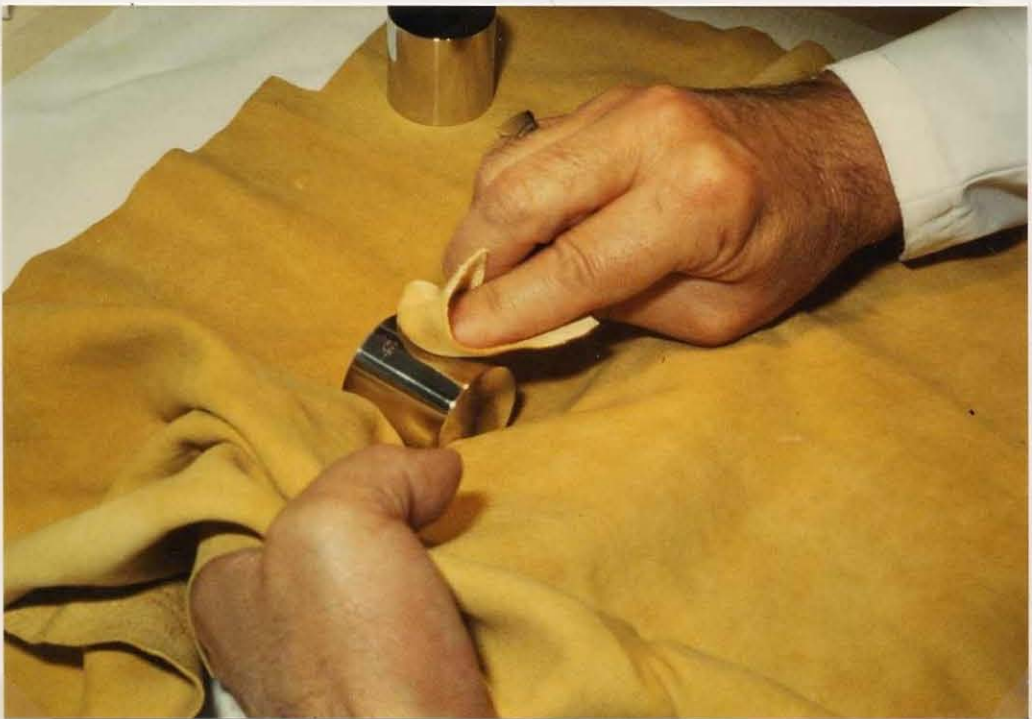


Figure 4



Figure 5



Figure 6



Figure 7

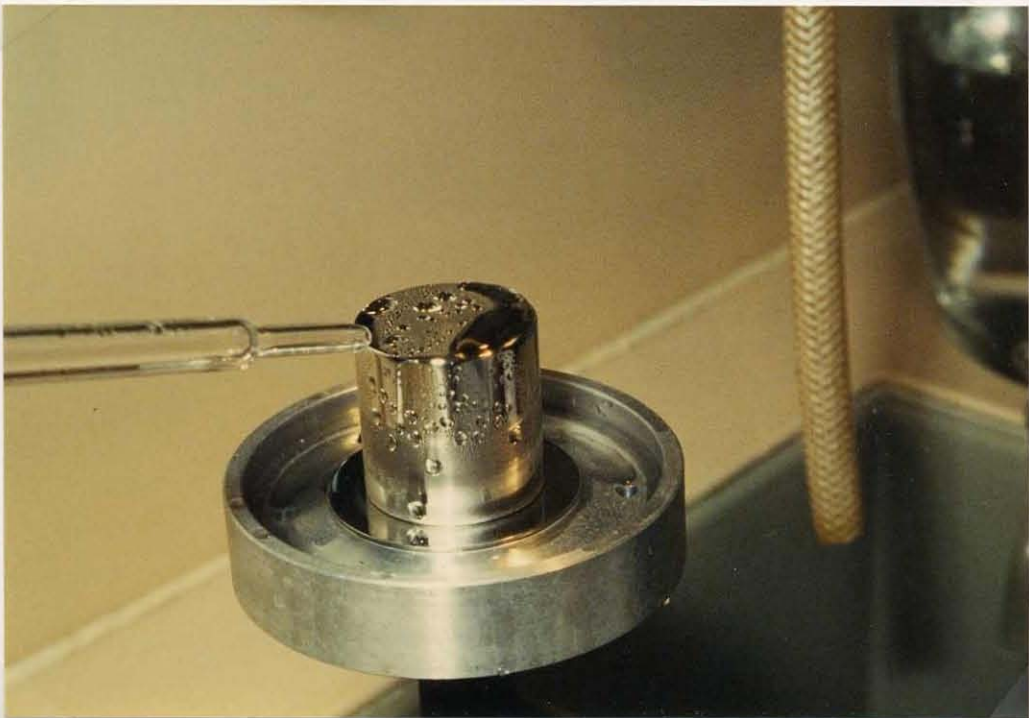


Figure 8

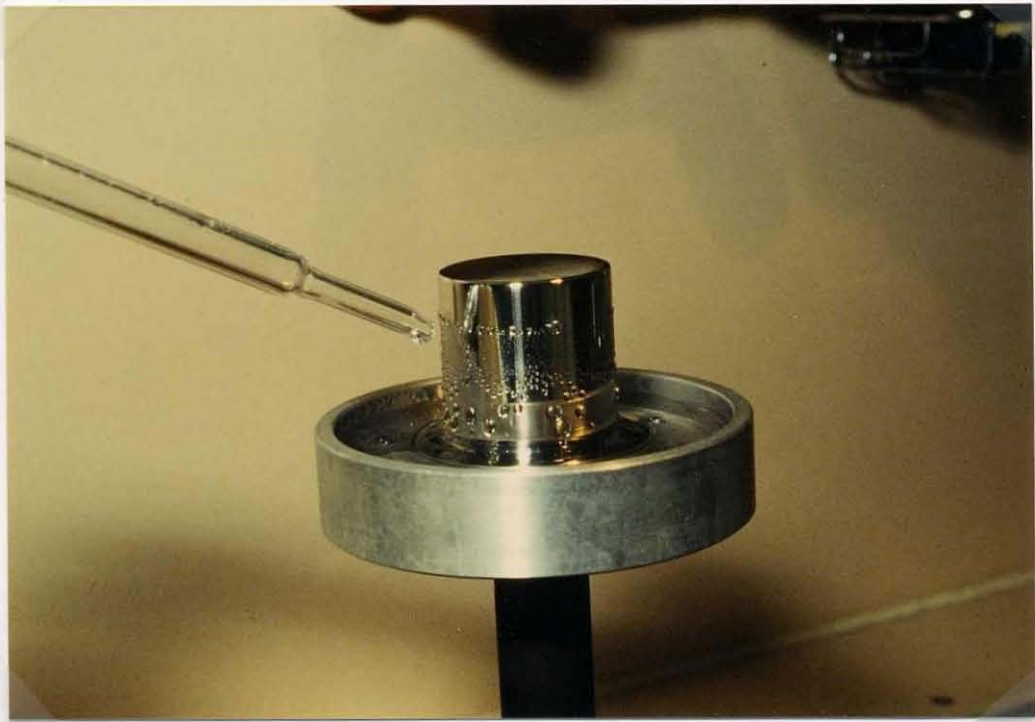


Figure 9



Figure 10



Figure 11



Figure 12

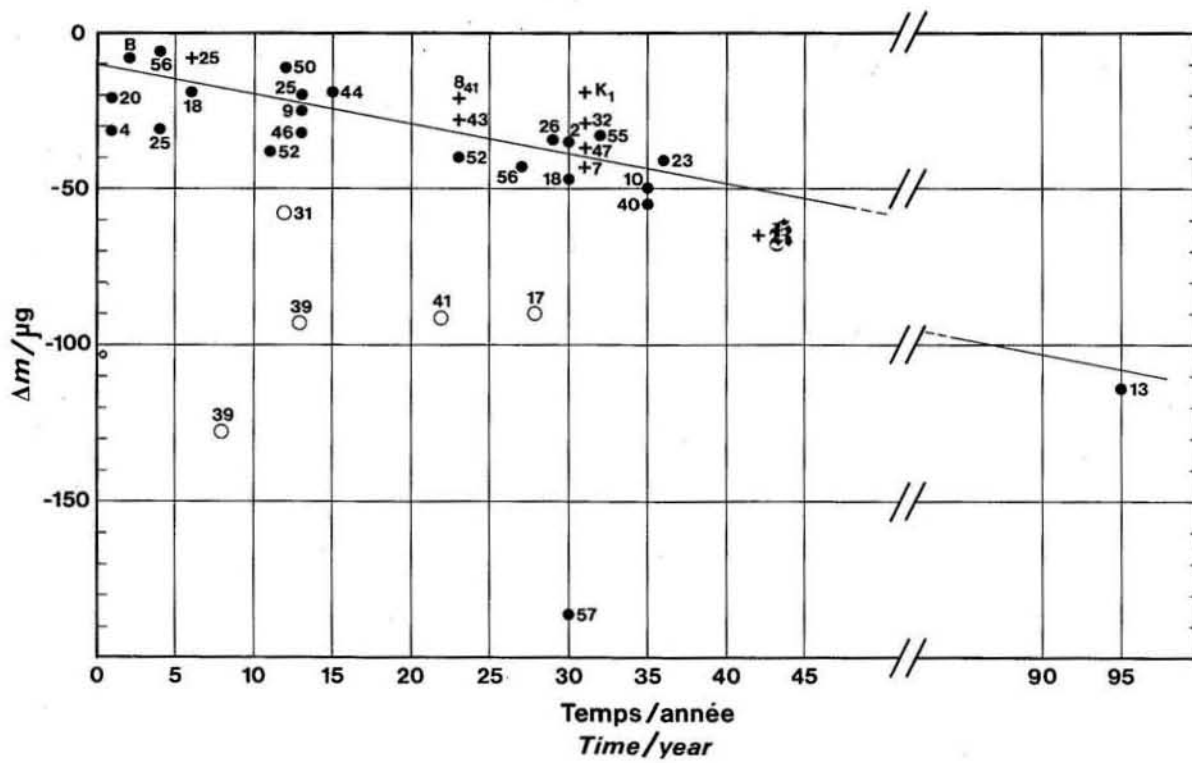


Figure 13

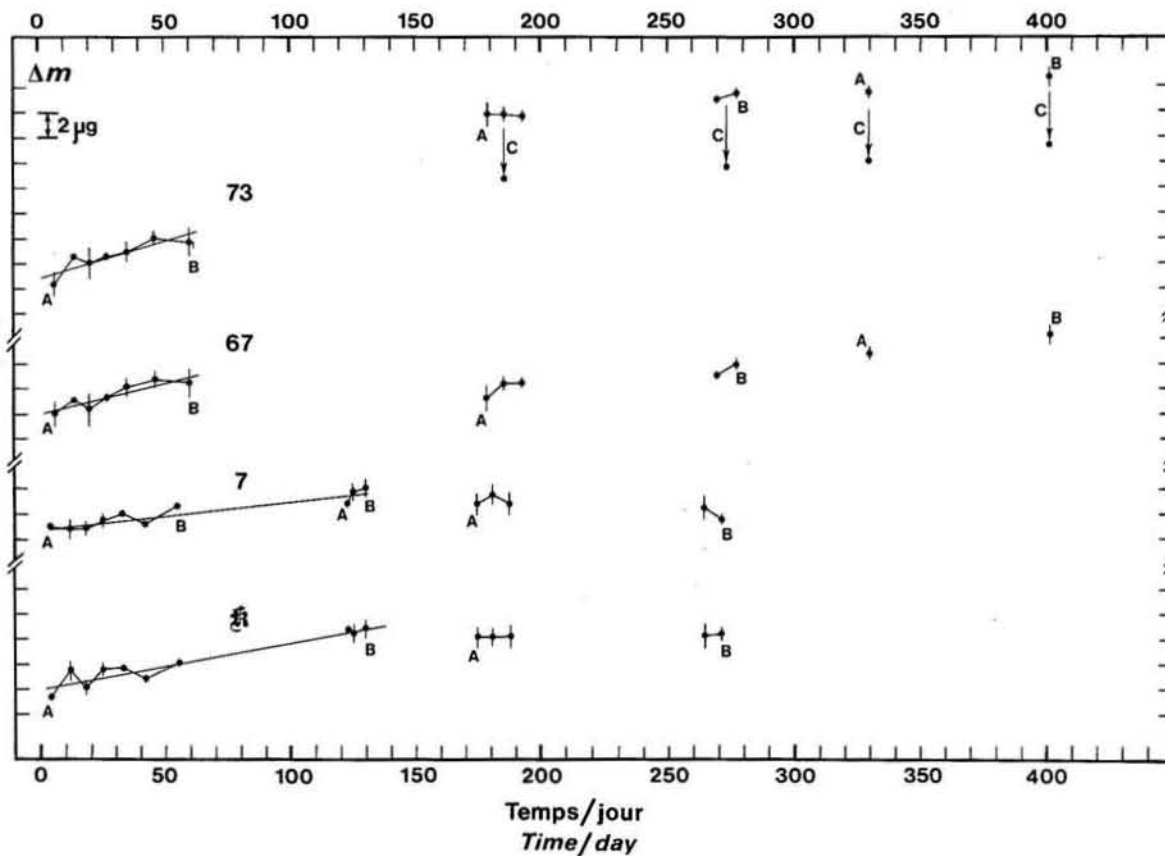


Figure 14

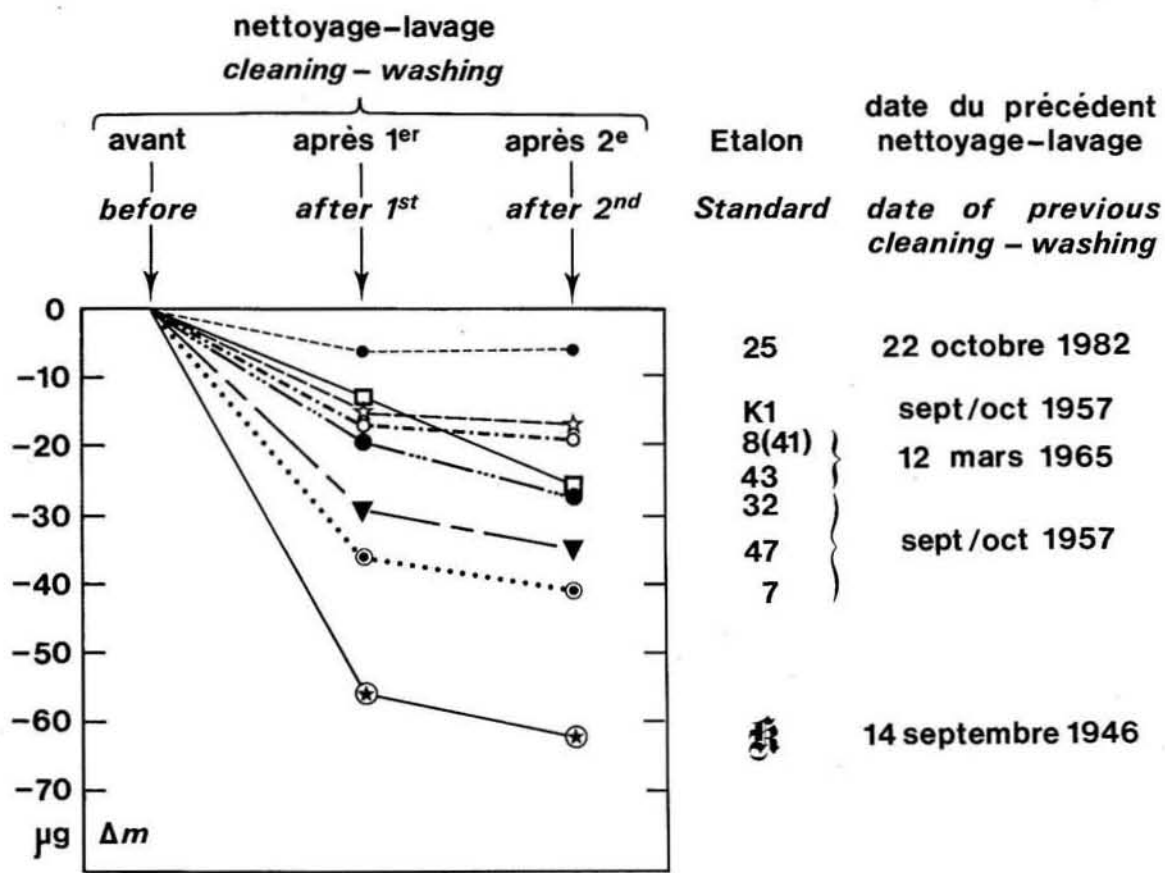


Figure 15