

LA TROISIÈME VÉRIFICATION PÉRIODIQUE
DES
PROTOTYPES NATIONAUX DU KILOGRAMME
(1988-1992)

par G. GIRARD

Bureau international des poids et mesures

LA TROISIÈME VÉRIFICATION PÉRIODIQUE
DES
PROTOTYPES NATIONAUX DU KILOGRAMME
(1988-1992)

par G. GIRARD

English text included

Introduction

La Convention du Mètre signée à Paris le 20 mai 1875 par les représentants de dix-sept États indique, dans son article 6 :

« *Le Bureau international des poids et mesures est chargé :*

...
3° *Des comparaisons périodiques des étalons nationaux avec les prototypes internationaux et avec leurs témoins, ainsi que de celles des thermomètres étalons ;*
... »

La masse du prototype international du kilogramme représente l'unité de masse. Chacune de ces comparaisons périodiques est connue sous le nom de *vérification périodique*.

La première vérification périodique a eu lieu de 1899 à 1911 sans participation du prototype international. La deuxième vérification périodique commença en 1939, fut interrompue par la Seconde Guerre mondiale et reprise en totalité à partir de 1946 ; elle s'acheva en 1953 et les résultats complets furent présentés à la 10^e Conférence générale des poids et mesures en 1954 [1]. La troisième vérification périodique des prototypes nationaux du kilogramme a été prévue par la Résolution 1 de la 18^e Conférence générale des poids et mesures en 1987. Elle débuta à l'automne 1988 pour se terminer à l'automne 1992.

Les étalons en présence (voir tableau I) sont : le prototype international \mathcal{K} , ses six témoins K1, n^{os} 7, 8(41), 32, 43 et 47, tous conservés au BIPM dans le coffre-fort du Caveau inférieur, et les prototypes du BIPM d'usage exceptionnel n^o 25, et d'usage courant n^{os} 9, 31 et 67. Deux témoins (n^{os} 8(41) et 32) ont été choisis pour servir d'étalons de référence lors de la vérification des prototypes nationaux elle-même.

À cette occasion tous les pays ayant au moins un prototype en platine iridié ont répondu favorablement à la demande du BIPM de lui envoyer leur prototype national, ce qui a fait trente-quatre étalons. Cinq nouveaux prototypes de fabrication récente (usinés, polis et ajustés au BIPM à l'aide d'un outil à pointe de diamant), dont trois attribués à Israël (n° 71), à la République de Corée (n° 72) et au Canada (n° 74), un, acheté par le Gouvernement de Hong Kong (n° 75) et un autre conservé par le BIPM (n° 77), ont été ajoutés aux trente-quatre précédents ; ils ne sont pas obligatoirement des prototypes nationaux. Le prototype n° 34 appartenant à l'Académie des sciences de Paris a été introduit dans la troisième vérification périodique car nous sommes certains qu'il n'a pas été utilisé depuis 1961 (il est resté dans son étui de voyage scellé).

TABLEAU I

Prototype international									
Témoins	K1	7	8(41)*	32	43	47			
Prototypes du BIPM d'usage exceptionnel		9	25						
d'usage courant			31	67					
Prototypes nationaux	G1		G2	G3	G4				
	12	21	21	5	2				
	16	36	36	6	20				
	23	37	37	18	46				
	35	38	38	24	57				
	39	40	40	50					
	48	44	44	55					
	49	53	53	56					
	51	54	54	58					
	68	60	60	66					
	70	65	65	69					
Nouveaux prototypes									71
									72
									74
									75
									77
Autre prototype									34

* Lors de sa fabrication ce témoin a été marqué 41 par erreur au lieu de 8. Les étalons utilisés pour la troisième vérification peuvent être classés de la manière suivante : le prototype international, les témoins, les prototypes du BIPM d'usage exceptionnel ou d'usage courant, les prototypes nationaux, les nouveaux prototypes et un autre prototype (n° 34). Pour les besoins de la vérification, les prototypes nationaux, les nouveaux prototypes et l'autre prototype ont été répartis en quatre groupes dénommés G1 à G4.

Le schéma d'exécution de la troisième vérification périodique des prototypes nationaux est présenté à la figure 1.

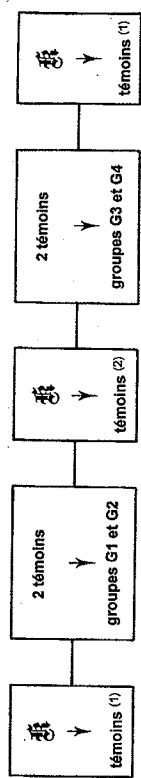


Fig. 1. — Schéma de la troisième vérification périodique des prototypes nationaux du kilogramme. Le prototype international, \mathfrak{K} , a été utilisé à trois reprises pour des comparaisons avec ses six témoins et les quatre prototypes du BIPM (1) et trois témoins et deux prototypes du BIPM (2). Deux témoins ont été choisis pour être comparés aux prototypes nationaux répartis dans les groupes G1 à G4.

La première et la dernière comparaison du prototype international \mathfrak{K} à ses six témoins et aux quatre prototypes d'usage du BIPM ont été effectuées respectivement à l'été 1989 et à l'automne 1992.

Pendant la durée de la troisième vérification, les prototypes du BIPM n°s 9 et 31 n'ont été soumis à aucun processus de nettoyage et de lavage (ce traitement a eu lieu pour la dernière fois en 1978).

Comparaisons préliminaires

À l'automne 1988, le prototype international, ses témoins et le prototype n° 25 ont été comparés aux prototypes n°s 9 et 31 avant, après un premier, puis un deuxième nettoyage-lavage (voir figure 2). On a constaté que l'effet de ces traitements sur ces étalons n'était pas négligeable, ce qui a confirmé ce qui avait été mesuré sur des étalons en platine iridié venus au BIPM depuis 1973 pour y être comparés à nos prototypes d'usage courant. La figure 3 indique le changement de masse (Δm) causé par le nettoyage-lavage de ces prototypes en fonction du nombre d'années écoulées depuis le précédent nettoyage-lavage. La droite de pente $-1 \mu\text{g/a}$ est celle qui passe au mieux par les points \bullet (le point représentant le prototype n° 57 n'a pas été pris en compte). Les données relatives aux prototypes dont l'état de surface est de mauvaise qualité sont représentées par des cercles \circ . Elles n'ont pas été prises en compte dans le calcul de la droite. Cette droite ne passe pas par l'origine, ce qui indiquerait que l'effet de pollution dans le temps est plus rapide au début, après un nettoyage-lavage.

En 1985, l'évolution de la masse du prototype n° 18 après nettoyage-lavage avait été suivie pendant 415 jours, mais les comparaisons par rapport à deux étalons de référence n'avaient commencé qu'après 26 jours [2, (Fig. 9)]. Les indications fournies par cette étude nous ont conduit à entreprendre une autre, similaire, consistant à suivre l'évolution de la masse du prototype international juste après qu'il ait été soumis à un processus de nettoyage-lavage, car c'est cette masse qui sert de référence par excellence.

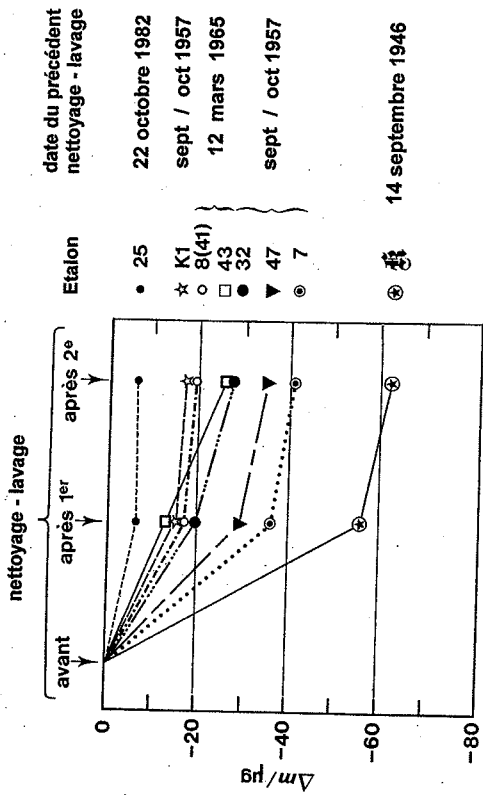


Fig. 2. — Variation de masse Δm observée après chaque nettoyage et lavages du prototype international n° 25.

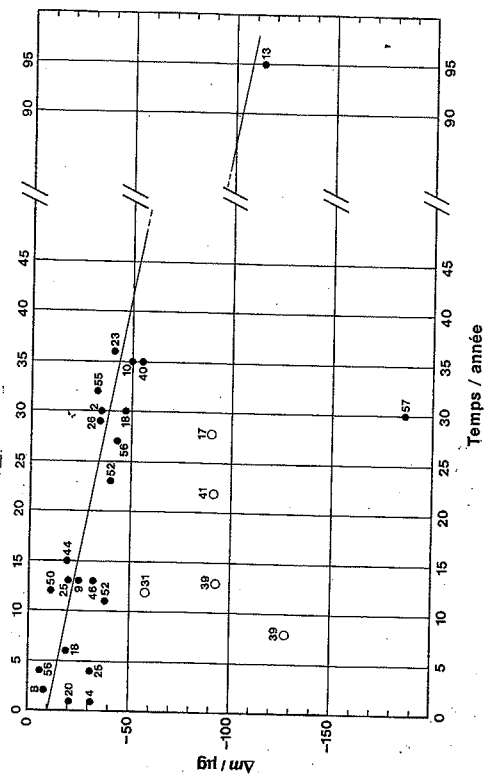


Fig. 3. — Variation de masse Δm causée par le nettoyage et lavage de prototypes en platine indidés en fonction du nombre d'années écoulées depuis leur dernier nettoyage-lavage. Les cercles \circ représentent les prototypes ayant un état de surface de mauvaise qualité.

Cette étude a associé le prototype international, le témoin n° 7 et deux étalons, n°s 67 et 73, fabriqués à l'outil à pointe de diamant, aux deux prototypes de référence n°s 9 et 31. La figure 4 indique que pendant les cent-vingt premiers jours, la dérive de la masse du prototype international est linéaire et a pour valeur + 0,0368 $\mu g/d$. Cette valeur a été utilisée par la suite pour tous les prototypes au cours de la troisième vérification.

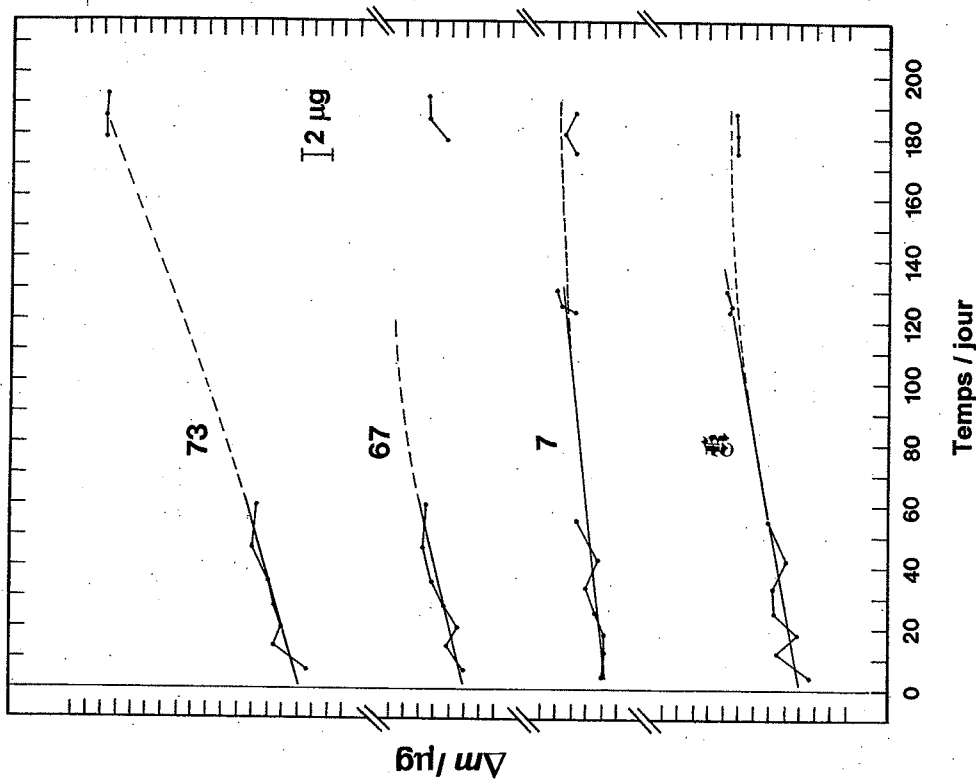


Fig. 4. — Augmentation de masse Δm dans les six premiers mois suivant le nettoyage-lavage observée sur le prototype international n° 7, un témoin (n° 7) et deux prototypes fabriqués (polis et ajustés) à l'aide d'un outil à pointe de diamant.

Comparaisons au prototype international

La comparaison au prototype international de ses six témoins et des quatre prototypes d'usage du BIPM a eu lieu durant l'été 1989.

La balance NBS-2 a été utilisée pour les pesées de la troisième vérification périodique (voir Annexe 1). Puisqu'elle permet de disposer six étalons sur son transporteur, le schéma de comparaison ci-dessous a été adopté : il est constitué de quatre *balancées* :

- a) 5 et cinq prototypes y compris le n° 31 ;
- b) 5 et cinq autres prototypes y compris le n° 9 ;
- c) trois prototypes de la balancée a) y compris le n° 31 et trois prototypes de la balancée b) dont le n° 9 ;
- d) les deux autres prototypes de la balancée a) et le n° 31 ainsi que les deux autres prototypes de la balancée b) et le n° 9.

À partir de la valeur du prototype international (toujours 1 kg exactement) on en a déduit celle des autres prototypes. La figure 5 représente l'évolution de la masse, par rapport à celle du prototype international, des quatre témoins (K1, n°s 7, 8(41) et 32) et du prototype n° 25, entre 1889 et 1989, et des deux autres (n°s 43 et 47) depuis 1946. L'évolution des prototypes n°s 9 et 31 n'a pas été portée sur cette figure du fait qu'ils n'ont été ni nettoyés ni lavés.

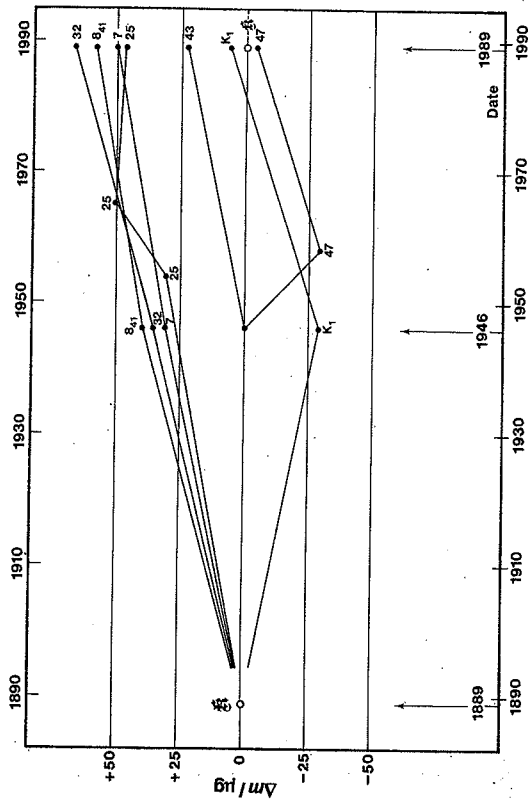


Fig. 5. — Évolution de la masse Δm des six témoins et du prototype n° 25 par rapport à celle du prototype international.

Ces résultats ont amené le CIPM, en septembre 1989, à prendre deux décisions [3] :

1. interpréter la définition du kilogramme de 1889 en se référant à la masse du prototype international juste après qu'il ait été nettoyé et lavé suivant la méthode du BIPM [4] et déduire cette masse par extrapolation en utilisant la dérive de $+0,0368 \mu\text{g/d}$;
2. laisser le soin au président du CCM et au directeur du BIPM, après consultation du groupe de travail sur les étalons de masse du CCM, de

décider si les prototypes nationaux soumis à la troisième vérification périodique doivent être nettoyés et lavés.

En novembre 1989, le groupe de travail indiqua que les prototypes nationaux devaient bien être nettoyés et lavés ; cette opinion fut acceptée.

Vérification des prototypes nationaux

Les quarante prototypes nationaux et assimilés ont été répartis en quatre groupes de dix pris dans l'ordre d'arrivée au BIPM. A chaque groupe (Tableau I, G1 à G4) ont été joints les deux témoins n°s 8(41) et 32.

Le mode opératoire suivi pour les mesures du groupe G1 est le suivant :
 1. Les prototypes du groupe G1 ont été comparés dans l'état de leur arrivée au BIPM, c'est-à-dire avant leurs deux nettoyages-lavages, à deux étalons en platine iridié du BIPM.

2. Les prototypes n°s 9 et 31 ont été comparés aux deux témoins

- a) avant le nettoyage-lavage de ces deux témoins ;
- b) après le nettoyage-lavage de ces deux témoins et des prototypes du groupe G1 qui eut lieu approximativement en même temps.

3. Les dix prototypes du groupe G1 ont été comparés aux deux témoins, en quatre balancées de la manière suivante :

- a) n° 8(41) à cinq prototypes ;
- b) n° 32 aux cinq autres prototypes ;
- c) n° 8(41) à deux prototypes de la balancée a) et trois prototypes de la balancée b) ;
- d) n° 32 aux trois autres prototypes de la balancée a) et deux autres prototypes de la balancée b).

4. Les prototypes n°s 9 et 31 ont été comparés de nouveau aux deux témoins.

La même procédure a été adoptée pour le groupe G3. Pour les groupes G2 et G4, la séquence 2a) a été omise puisqu'elle est identique à la séquence 4 du groupe précédent.

Entre les mesures du groupe G2 et du groupe G3 de nouvelles comparaisons au prototype international ont été effectuées, faisant intervenir les deux témoins n°s 8(41) et 32, les prototypes n°s 9 et 31, le témoin n° 7 déjà utilisé dans une étude présentée page G 4. Le but de ces comparaisons était de vérifier la stabilité des deux témoins n°s 8(41) et 32.

Après les mesures sur le groupe G4, une nouvelle comparaison du prototype international, de ses témoins et des prototypes d'usage du BIPM a eu lieu. Ainsi s'est terminée la troisième vérification périodique des prototypes nationaux à l'automne 1992.

Résultats

Toutes les pesées ont été effectuées à la balance NBS-2 sauf les pesées avant nettoyage-lavage des groupes G3 et G4 qui l'ont été à la balance Mettler HK 1000 MC.

Les corrections de poussée de l'air ont été calculées à l'aide de la « Formule pour la détermination de la masse volumique de l'air humide (1981) » [5] — et non celle de 1991 [6] — puisque la troisième vérification périodique a commencé en 1988. Étant données les faibles différences de volume entre les prototypes en présence, ce changement n'a aucune influence significative sur le résultat. Les instruments permettant la mesure de la température, de la pression, de l'humidité et de la teneur en CO₂ ont été vérifiés à plusieurs reprises. L'incertitude causée par la détermination de ces paramètres est ici négligeable. (voir Annexe 2).

Au fur et à mesure du déroulement des comparaisons il a été possible de calculer des valeurs provisoires de la masse soit des témoins et étalons du BIPM, par rapport à celle du prototype international, soit des prototypes nationaux par rapport à celles des témoins n^{os} 8(41) et 32. Il est apparu que la masse de ceux-ci avait diminué d'une quantité significative durant les trois années de la vérification. Étant donné que ces deux témoins font la liaison entre le prototype international et les prototypes nationaux, l'évolution de leur masse doit être examinée de près.

Un calcul prenant en compte toutes les observations faites entre les prototypes a été effectué en suivant différentes hypothèses. Celle qui a semblé finalement être la meilleure est celle qui admet pour chacun des témoins n^{os} 8(41) et 32 un coefficient de variation de leur masse en fonction de l'utilisation et pour les autres une stabilité au cours des mesures. Il est bien entendu que l'on a tenu compte du coefficient d'évolution de la masse après nettoyage-lavage mentionné page G 4 pour éliminer cette augmentation de masse entre la date du dernier nettoyage-lavage et celle des comparaisons.

Tous les calculs effectués suivant différentes hypothèses ont permis de constater que la masse du prototype du BIPM n^o 67 était instable durant la vérification périodique. Il a donc fallu décider de ne pas tenir compte de toutes les observations faites avec ce prototype (été 1989 et automne 1992).

Après la troisième vérification, des comparaisons ont été effectuées à l'aide de prototypes de différents groupes. Elles ont donné des résultats satisfaisants.

Le calcul final a conduit aux valeurs de la masse des prototypes ayant participé à la troisième vérification périodique indiquées dans le tableau II.

Le tableau III indique l'évolution de la masse, par rapport à celle du prototype international, des témoins, des prototypes d'usage du BIPM ainsi que d'autres prototypes. Cette évolution, pour les témoins n^{os} 8(41) et 32 et certains prototypes nationaux depuis leur origine, est montrée dans les figures 6, 7 et 8. Cette origine est considérée être, soit la distribution

TABLEAU II

Résultats de la troisième vérification périodique
des prototypes nationaux du kilogramme
(mai 1989 - octobre 1992)

Prototype international		1 kg	
Témoins	K1	1 kg + 0,135 mg	n ^o 32
	n ^o 7	1 kg - 0,481 mg	n ^o 43
	n ^o 8(41)	1 kg + 0,321 mg	n ^o 47
Prototypes du BIPM			
	n ^o 25	1 kg + 0,158 mg	
	n ^o 9	1 kg + 0,312 mg	
	n ^o 31	1 kg + 0,131 mg	
Prototypes nationaux et autres prototypes			
n ^o 2	Roumanie	1 kg - 1,127 mg	
n ^o 5	Italie	1 kg + 0,064 mg	
n ^o 6	Japon	1 kg + 0,176 mg	
n ^o 12	Féd. de Russie	1 kg + 0,100 mg	
n ^o 16	Hongrie	1 kg + 0,012 mg	
n ^o 18	Royaume-Uni	1 kg + 0,053 mg	
n ^o 20	É.-U. d'Amérique	1 kg - 0,021 mg	
n ^o 21	Mexique	1 kg + 0,068 mg	
n ^o 23	Finlande	1 kg + 0,193 mg	
n ^o 24	Espagne	1 kg - 0,146 mg	
n ^o 34	Académie des sciences de Paris	1 kg - 0,051 mg	
n ^o 35	France	1 kg + 0,189 mg	
n ^o 36	Norvège	1 kg + 0,206 mg	
n ^o 37	Belgique	1 kg + 0,258 mg	
n ^o 38	Suisse	1 kg + 0,242 mg	
n ^o 39	Rép. de Corée	1 kg - 0,783 mg	
n ^o 40	Suède	1 kg - 0,035 mg	
n ^o 44	Australie	1 kg + 0,287 mg	
n ^o 46	Indonésie	1 kg + 0,321 mg	
n ^o 48	Danemark	1 kg + 0,112 mg	
n ^o 49	Autriche	1 kg - 0,271 mg	
n ^o 50	Canada	1 kg - 0,111 mg	
n ^o 51	Pologne	1 kg + 0,227 mg	
n ^o 53	Pays-Bas	1 kg + 0,121 mg	
n ^o 54	Turquie	1 kg + 0,203 mg	
n ^o 55	Rép. féd. d'Allemagne	1 kg + 0,252 mg	
n ^o 56	Afrique du Sud	1 kg + 0,240 mg	
n ^o 57	Inde	1 kg - 0,036 mg	
n ^o 58	Égypte	1 kg - 0,120 mg	
n ^o 60	Rép. pop. de Chine	1 kg + 0,295 mg	
n ^o 65	Rép. slovaque	1 kg + 0,208 mg	
n ^o 66	Brésil	1 kg + 0,135 mg	
n ^o 68	Rép. pop. dém. de Corée	1 kg + 0,365 mg	
n ^o 69	Portugal	1 kg + 0,207 mg	
n ^o 70	Rép. féd. d'Allemagne	1 kg - 0,236 mg	
n ^o 71	Israël	1 kg + 0,372 mg	
n ^o 72	Rép. de Corée	1 kg + 0,446 mg	
n ^o 74	Canada	1 kg + 0,446 mg	
n ^o 75	Hong Kong	1 kg + 0,132 mg	
n ^o 3	Espagne	1 kg + 0,077 mg	
n ^o 62	Italie (IMGC)	1 kg - 0,907 mg	
n ^o 64	Rép. pop. de Chine	1 kg + 0,251 mg	

TABLEAU III

Évolution de la masse de prototypes en platine iridié (excès sur la valeur nominale, en µg)

n°	Pays	1889 (1)	1946/53 (2)	1989/92 (3)	(2)-(1)	(3)-(1)
Prototype international		0	0	0	0	0
K1 Témoin		+ 127	+ 98	+ 135	- 29	+ 8
7 Témoin		- 530	- 499	- 481	+ 31	+ 49
8(41) Témoin		+ 260	+ 300	+ 321	+ 40	+ 61
32 Témoin		+ 70	+ 107	+ 139	+ 37	+ 69
43 Témoin			+ 306	+ 330		
47 Témoin			+ 405	+ 403		
2 Roumanie		- 953	- 992	- 1127	- 39	- 174
5 Italie		+ 18	+ 18	+ 64	0	+ 46
6 Japon		+ 169	+ 170	+ 176	+ 1	+ 7
12 Fédération de Russie		+ 68	+ 85	+ 100	+ 17	+ 32
16 Hongrie		+ 56	- 6	+ 12	- 62	- 44
18 Royaume-Uni		+ 70	+ 71	+ 53	+ 1	- 17
20 États-Unis d'Amérique		- 39	- 19	- 21	+ 20	+ 18
21 Mexique		+ 63	+ 63	+ 68	0	+ 5
23 Finlande		+ 61	+ 98	+ 193	+ 37	+ 132
24 Espagne		- 191	- 173	- 146	+ 18	+ 45
34 Acad. sci. Paris		- 73	- 78	- 51	- 5	+ 22
35 France		+ 191	+ 183	+ 189	- 8	- 2
36 Norvège		+ 157	+ 186	+ 206	+ 29	+ 49
37 Belgique		+ 244	+ 251	+ 258	+ 7	+ 14
38 Suisse		+ 183	+ 214	+ 242	+ 31	+ 59
39 Rép. de Corée		- 118		- 783		- 665
40 Suède		- 37	- 39	- 35	- 2	+ 2
44 Australie			+ 270	+ 287		
46 Indonésie			+ 294	+ 321		
48 Danemark			+ 81	+ 112		
49 Autriche			- 325	- 271		
50 Canada			- 130	- 111		
51 Pologne			+ 185	+ 227		
53 Pays-Bas			+ 85	+ 121		
54 Turquie			+ 160	+ 203		
55 Rép. féd. d'Allemagne		+ 21	+ 208	+ 252	+ 23	+ 56
3 Espagne			+ 44	+ 77		

initiale en 1889 pour les prototypes dont les numéros sont compris entre 1 et 40, soit leur première participation à une vérification périodique pour les prototypes n°s 41 à 55, c'est-à-dire lors de la deuxième vérification périodique (1946-1953). Les prototypes n°s 56 à 72, 74, 75 et 77 ont été comparés pour la première fois dans une vérification périodique, lors de la troisième.

Il est possible de connaître l'effet du nettoyage-lavage sur la masse du prototype international, des témoins et des autres prototypes en comparant leur masse avant nettoyage-lavage à celle qu'ils avaient, après. La figure 9

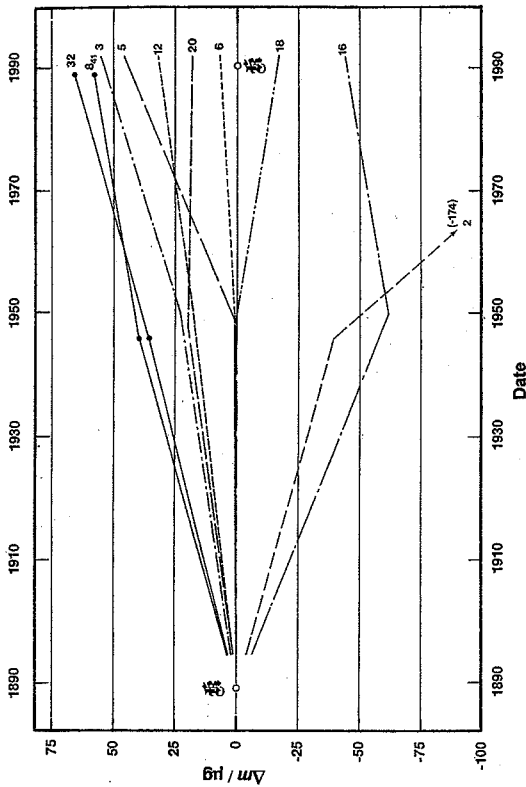


Fig. 6. — Évolution de la masse Δm des prototypes nationaux n° 2 à n° 20 et des deux témoins n° 8(41) et n° 32, par rapport à celle du prototype international 8(41).

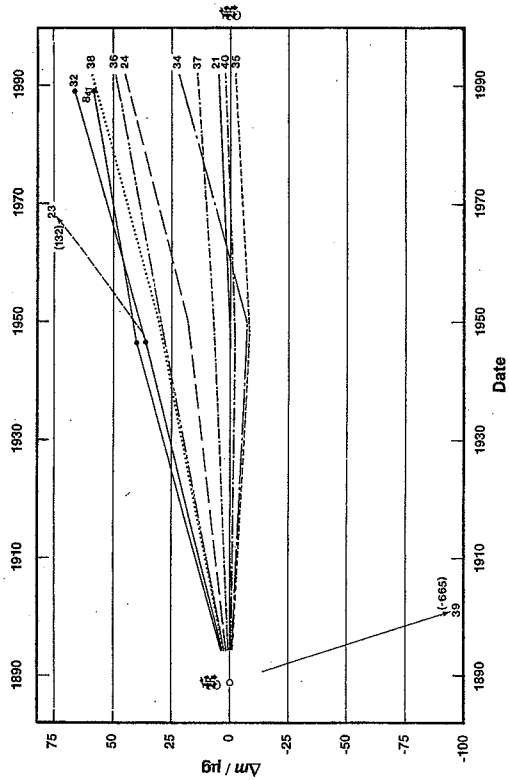


Fig. 7. — Évolution de la masse Δm des prototypes nationaux n° 21 à n° 40 et des deux témoins n° 8(41) et n° 32, par rapport à celle du prototype international 8(41).

indique l'effet de ce traitement sur chaque prototype en fonction du nombre d'années écoulées depuis le précédent nettoyage-lavage. On constate que

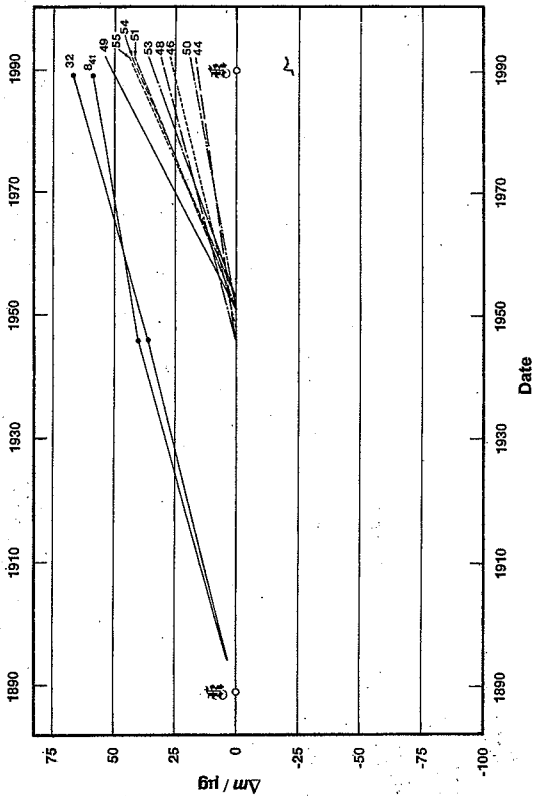


Fig. 8. — Évolution de la masse Δm des prototypes nationaux n° 44 à n° 55 et des deux témoins n° 8(41) et n° 32, par rapport à celle du prototype international.

les points représentatifs des prototypes sont beaucoup plus dispersés que sur la figure 3 qui est résumée par la droite de pente $-1 \mu\text{g/a}$.

Comparaisons de rattachement

La République populaire de Chine et l'Espagne avaient envoyé au BIPM deux prototypes. Seuls les prototypes nationaux, respectivement n°s 60 et 24, ont été inclus dans la troisième vérification périodique. Les seconds prototypes, respectivement n°s 64 et 3, ont été comparés à nos deux étalons d'usage n°s 9 et 31 et à leurs prototypes nationaux dès la fin de la troisième vérification. Ces observations ont été incluses dans le calcul final. La masse de ces prototypes est :

- n° 64 1 kg + 0,251 mg;
- n° 3 1 kg + 0,077 mg.

L'Istituto di Metrologia G. Colonnetti à Turin (Italie) avait adressé une demande au BIPM pour que son prototype en platine iridié n° 62 soit étalonné à l'occasion de la troisième vérification. Il a été comparé, entre autres, aux deux prototypes d'usage courant n°s 9 et 31 au début de 1993. Sa masse est :

- n° 62 1 kg - 0,907 mg.

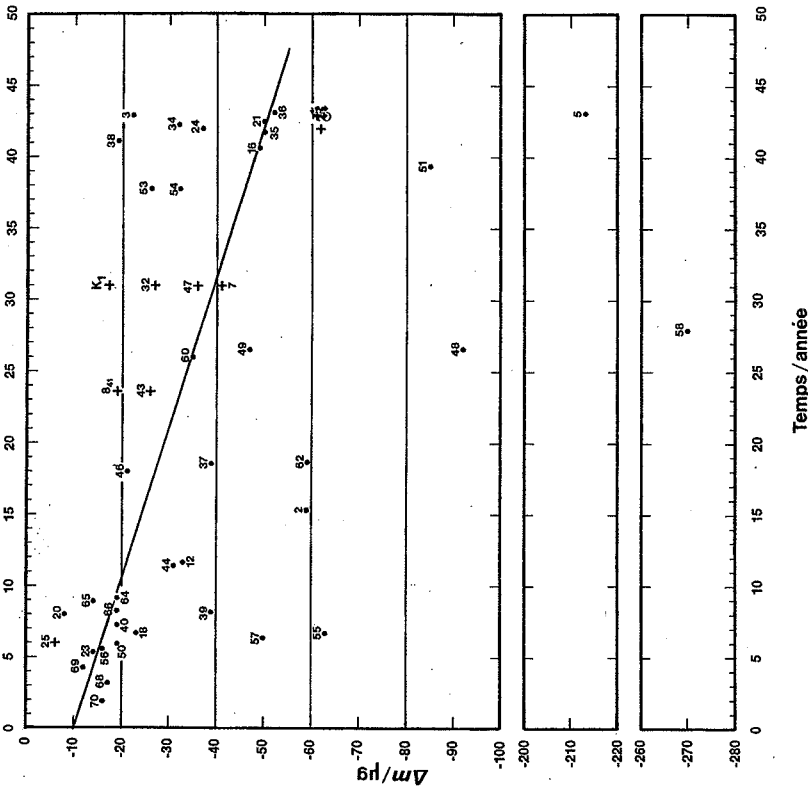


Fig. 9. — Variation de masse Δm causée par le nettoyage-lavage des prototypes ayant participé à la troisième vérification périodique, en fonction du nombre d'années écoulées depuis leur précédent nettoyage-lavage. (●) prototypes nationaux ; + prototype international, ses témoins et le prototype n° 25).

Calcul des incertitudes

Les comparaisons de prototypes à l'intérieur d'un groupe, soit avec le prototype international, soit avec les deux témoins, permettent, par la méthode des moindres carrés, de calculer la masse de chacun d'eux à partir de celle de la référence admise. Ce calcul permet d'obtenir également l'écart-type d'une observation et celui de la masse d'un étalon inconnu.

Pour les sept groupes réalisés pendant la troisième vérification périodique, l'écart-type sur une observation était de $1,1 \mu\text{g}$ à $1,5 \mu\text{g}$, et celui sur la valeur de la masse d'un étalon était de $0,4 \mu\text{g}$ à $0,6 \mu\text{g}$. Ces incertitudes sont de type A puisqu'elles sont issues d'un calcul statistique.

incertitude composée est essentiellement dominée par l'incertitude de la moyenne des masses des deux témoins.

Conclusions

Des comparaisons effectuées au cours de la troisième vérification périodique des prototypes nationaux du kilogramme, il est possible de tirer quelques conclusions.

L'évolution de la masse des prototypes fabriqués à partir de 1886 (nos 1 à 40) dont la valeur de la masse a été sanctionnée à la Première Conférence générale des poids et mesures en 1889, et qui sont revenus à l'occasion de la troisième vérification périodique, confirme les valeurs obtenues à la deuxième vérification périodique (1946-1953). A noter que cette masse à laquelle on se réfère est celle obtenue juste après nettoyage-lavage et non pas celle dont il est question précédemment (voir figure 3), qui est la masse déterminée avant nettoyage-lavage, ce traitement ayant pour but d'éliminer la contamination. Il y a bien sûr des étalons accidentés qui ne sont pas à prendre en compte (nos 2, 16, 39). Il faut noter aussi le comportement particulier du prototype n° 23 depuis 1948.

La masse des prototypes nationaux de ce premier lot qui paraissent avoir été bien conservés et bien utilisés a en moyenne augmenté de 0,25 µg/a.

La masse des prototypes qui ont participé à la troisième vérification et dont les numéros sont compris entre 44 et 55 montre une évolution plus rapide, de l'ordre de 0,9 µg/a depuis la deuxième vérification périodique.

Il faut toutefois interpréter l'ampleur de ces évolutions avec précaution. C'est probablement la somme de la variation relative de leur masse par rapport à celle du prototype international, de l'usure qui a pu être provoquée par leur utilisation, de l'augmentation de leur masse par une contamination irréversible de leur surface et également d'autres causes encore inconnues.

Le cas du prototype n° 34, appartenant à l'Académie des sciences de Paris et qui n'est pas le prototype national de la France, est particulier. Il a été étalonné à l'origine, puis en 1950 et pendant la troisième vérification. Il a été utilisé en 1961 au BIPM pour quelques comparaisons spéciales. Depuis, il a été conservé dans son étui de voyage et il est certain qu'il n'a pas été utilisé. Ses valeurs successives sont :

1889	1 kg - 0,073 mg;
1950	1 kg - 0,078 mg;
1992	1 kg - 0,051 mg.

De la même façon, dans le calcul final où l'on a tenu compte de toutes les observations, on a obtenu un écart-type de 1,58 µg sur une observation et pour la valeur de la masse d'un prototype, un écart-type compris entre 0,35 µg et 0,65 µg suivant la fréquence où le prototype a été introduit dans le schéma de comparaisons. On peut constater que cette valeur de 1,58 µg est légèrement supérieure à celles calculées pour un seul groupe. Ceci est dû au fait que l'hypothèse admise n'est peut-être pas tout à fait exacte (la masse des témoins nos 8(41) et 32 varie en fonction de leur utilisation).

Pour l'estimation de l'incertitude liée à cette hypothèse, deux méthodes ont été utilisées :

— D'une part, le calcul final permet d'obtenir la moyenne des masses des deux témoins à chaque utilisation à partir de leur valeur après le nettoyage-lavage initial et le coefficient de variation de leur masse en fonction du nombre d'utilisations ; ce sont les cercles O de la figure 10.

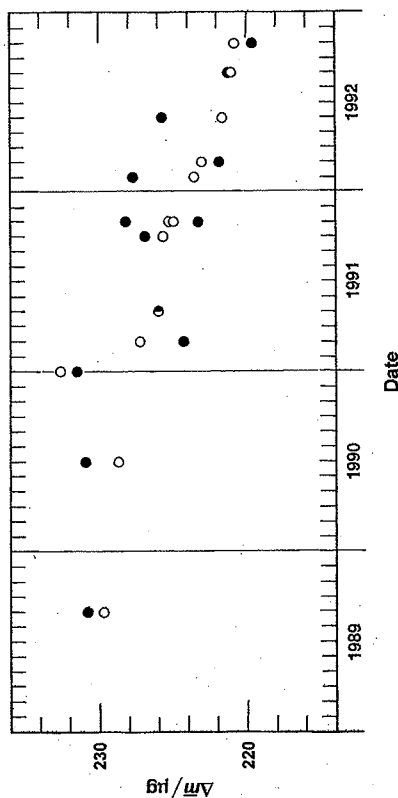


Fig. 10. — Variation de l'excès Δm sur la valeur nominale de la moyenne des masses des deux témoins n° 8(41) et n° 32. Les points ● représentent les valeurs trouvées au fur et à mesure des groupes. Les cercles ○ représentent les valeurs obtenues à partir du calcul final.

— D'autre part, en s'appuyant sur les trois groupes où intervient le prototype international et sur les comparaisons des deux témoins aux prototypes d'usage du BIPM nos 9 et 31, on peut connaître la valeur à attribuer aux masses de ces deux témoins pour chaque groupe de prototypes nationaux ; ce sont les points ● de la figure 10.

Ces deux possibilités de calcul conduisent à des valeurs de la masse des deux témoins légèrement différentes. L'écart-type de ces treize différences est de 2,3 µg ; il donne une évaluation de l'incertitude supplémentaire, aux prototypes des groupes G1 à G4 puisque la moyenne des masses des deux témoins est ce qui les rattache à celle du prototype international. L'incertitude composée, u_c (avec $k = 1$) pour la masse de chaque prototype des groupes G1 à G4 est ainsi de 2,3 µg et pour 12 degrés de liberté. Cette

L'augmentation de sa masse relative à celle du prototype international (+ 0,027 mg), entre 1950 et 1992, peut être considérée comme significative et sûre.

La figure 9, qui est à rapprocher de la figure 3, indique les variations de masse causées par le nettoyage-lavage sur les prototypes ayant participé à la troisième vérification périodique. Ce changement est fonction du nombre d'années qui se sont écoulées depuis le précédent nettoyage-lavage, en général au BIPM. La dispersion des points témoigne en partie de la plus ou moins bonne qualité de la conservation de l'étalon mais très probablement aussi de celle de sa surface et de l'usage qui en a été fait. Cependant, on peut constater la dispersion assez grande entre le prototype international et ses témoins qui ont tous été conservés de la même manière.

L'interprétation de la figure 9 doit être faite avec prudence car certains prototypes ont pu être soumis à un processus de nettoyage autre que celui du BIPM et dont l'effet peut être différent (ce qui impliquerait un déplacement de leur point représentatif sur cette figure). C'est le cas, entre autres, du prototype n° 6 qui n'a pu être porté sur la figure 9 ou des prototypes n° 4 et 20 (voir figure 3) qui avaient subi un nettoyage et un lavage dans leur laboratoire, un an auparavant.

La troisième vérification périodique des prototypes nationaux du kilogramme a permis de rassembler au BIPM l'étalon national de tous les pays adhérents à la Convention du Mètre qui possèdent au moins un prototype en platine iridié. La masse de chacun d'eux a pu être déterminée, en fonction de celle du prototype international, avec une incertitude composée de 2,3 µg ce qui constituera une bonne base de départ pour les travaux futurs dans le domaine de la masse.

Remerciements

Je suis reconnaissant à plusieurs personnes de m'avoir aidé, sans eux je n'aurais pu mener à bien cette importante tâche. Ce sont entre autres, P. Carré (informatique), J. Hamon (interférométrie), J.-M. Chartier (laser), J. Hostache (électronique), l'atelier de mécanique. Je voudrais mentionner tout particulièrement Mme M.-J. Coarasa qui a effectué les pesées avant nettoyage-lavage des groupes G3 et G4 et qui, pendant cette troisième vérification périodique, mais aussi depuis de nombreuses années, m'a apporté une aide très précieuse et des avis judicieux. Je remercie aussi M. T. J. Quinn, directeur du BIPM, pour ses conseils et son soutien, ainsi que R. S. Davis, maintenant responsable de la section des masses au BIPM. Je ne voudrais pas manquer de remercier également les membres du NIST (É.-U. d'Amérique) qui ont construit et mis au point dans les années 1960 la balance NBS-2 dont le fonctionnement n'a jamais été pris en défaut et qui a permis de réaliser des pesées d'une très haute qualité.

Septembre 1993

ANNEXE 1

La balance NBS-2

La balance NBS-2 a été étudiée au National Bureau of Standards (aujourd'hui National Institute of Standards and Technology) aux États-Unis d'Amérique et décrite dans [7]. Ce laboratoire en a fait don au BIPM en 1970. Elle a été installée définitivement au sous-sol de l'ancienne salle des balances du BIPM et les premières pesées officielles ont été effectuées en 1973. Cette balance est du type à un seul plateau et deux couteaux. L'étalon de 1 kg déposé sur le plateau est équilibré par un contrepois en platine iridié (si nécessaire on dispose d'un contrepois en acier inoxydable). Chaque bras du fléau a une longueur de 5,08 cm. La période d'oscillation est de l'ordre de 37 s. Les couteaux et les plans restent en contact, sous charge, pendant toute la durée de la pesée. Un transporteur, sur lequel peuvent être disposés six étalons de 1 kg, permet de déposer celui que l'on désire sur le plateau. Il est ainsi possible de comparer six étalons (ou moins) dans toutes leurs combinaisons deux à deux. Pratiquement toutes les pesées ont été effectuées en comparant quatre étalons entre eux.

Différentes améliorations ont été apportées à cette balance au cours du temps, dont :

- 1) l'installation d'une cloche en aluminium de façon à placer cette balance dans une enceinte étanche [8] ;
- 2) l'amélioration de l'isolation thermique tout en favorisant l'établissement d'une différence de température entre le niveau du plateau et celui du fléau de l'ordre de 0,01 °C [8] ;
- 3) la mise en place de deux contrepois pour diminuer les frottements dus aux mouvements de l'ensemble associé au déplacement vertical du transporteur ;
- 4) l'installation de passages étanches.

Plus récemment, au système de lecture optique des oscillations du fléau installé à l'origine, il a été adjoint un dispositif interférométrique associé à un système de comptage de franges relié à un ordinateur [9]. Les indications envoyées par le compteur de franges sont introduites dans un logiciel spécialement conçu pour ces pesées il y a plusieurs années et qui calcule les masses des différents étalons entrant dans la pesée en fonction de la valeur de la masse de l'étalon de référence.

Pour l'utilisation de cette balance et plus particulièrement au cours de la troisième vérification périodique, on place sur le transporteur six étalons que l'on peut désigner ici par A, B, C, D, E, F, ce qui constitue une *balancée*. Une *pesée* fait intervenir quatre étalons, par exemple A, B, C, D. Les six étalons d'une *balancée* sont comparés par trois pesées :

- 1^{re} pesée : étalons A, B, C, D ;
- 2^e pesée : étalons C, D, E, F ;
- 3^e pesée : étalons E, F, A, B.

Vers 1982, une étude particulière a fait apparaître que, dans les pesées, la masse d'un étalon inconnu par rapport à celle d'un étalon de référence, pouvait varier de façon significative suivant la position occupée par ces étalons dans le déroulement de la pesée. Une étude approfondie s'en est suivie, ce qui nous a conduit à modifier notre façon de faire [10].

Une pesée comparant les quatre étalons A, B, C et D se déroule par six *sous-pesées*. À ces sous-pesées « *directes* » nous ajoutons maintenant six sous-pesées « *opposées* ». Pour les quatre étalons A, B, C, D on a :

- pesée directe : A et B, B et C, C et D,
D et A, A et C, B et D ;
- pesée opposée : B et A, C et B, D et C,
A et D, C et A, D et B.

Les pesées directes et opposées doivent être effectuées dans des conditions aussi voisines que possible, par exemple, deux jours consécutifs selon la même chronologie.

Pour le calcul de la pesée, on applique la méthode des moindres carrés à partir des moyennes des différences entre les positions d'équilibre de chaque sous-pesée directe et opposée.

La comparaison de deux étalons (A et B par exemple), ou *observation* est effectuée par l'intermédiaire du contrepois. Les positions d'équilibre du fléau qui sont repérées sur une échelle quelconque (échelle optique graduée au début, ou échelon du compteur de franges ensuite) correspondent aux charges suivantes :

- a) étalon A ;
- b) étalon B ;
- c) étalon B + surcharge S ;
- d) étalon A + surcharge S ;
- e) étalon A.

A et B sont échangés pour la pesée opposée.

La surcharge est un petit cavalier de 3 mg, étalonné, qui sert à déterminer la valeur en masse, d'une division de l'échelle utilisée.

La figure 1 donne un exemple de pesée entre quatre prototypes (pesée directe et pesée opposée) ainsi que le calcul, par la méthode des moindres

carrés, de la masse des trois prototypes inconnus en fonction de la masse du prototype de référence. Le résultat non compensé des observations entre ces quatre prototypes est ensuite associé à ceux des autres observations entre tous les prototypes d'un même groupe.

PESÉE À LA BALANCE NBS-2

Registre : R10-51 (8 h 20-10 h 54)
 5 Mars 1991
 Kilogrammes [8(41)] [21] [36] [37]
 Thermomètre : RE2 Résistance étalon : 225350
 Pont : F17A Temp. R. étalon : 20,5 °C Corr. j. pression : 781 Pa

Sous-pesées	A	B	A + S	B + S	A	A - B
1	7468	8842	25899	27362	7501	- 1418,1
2	8193	7339	26601	25798	8265	828,2
3	8407	8105	26533	26793	8473	280,7
4	8674	8298	26728	26066	8768	357,2
5	8091	8598	27029	26435	8165	- 550,5
6	8300	7190	26626	26626	8411	- 1 102,3

Lect. ASL	Temp. °C	Lect. Press	Pression Pa	Hygr.	CO ₂	M. vol. air
1	2,754 8310	20,378	101 286,0	0,490	0,000 65	1,197 36
2	2,754 8350	20,378	101 286,0	0,490	0,000 65	1,197 36
3	2,754 8410	20,379	101 286,0	0,490	0,000 65	1,197 35
4	2,754 8480	20,380	101 286,0	0,490	0,000 65	1,197 35
5	2,754 8570	20,381	101 286,0	0,490	0,000 65	1,197 35
6	2,754 8670	20,382	101 286,0	0,490	0,000 65	1,197 34

Masse de la surcharge : 3,026 6 mg

Comparaison	Val. div. (microg)	Diff. (mg)	Obs.-Calc. (mg)	Dérives en mg chgt. masse déplt. surch.	
[21]-[8(41)]	0,163 962	- 0,253 25	0,000 85	- 0,007 33	0,010 04
[36]-[21]	0,164 512	0,139 49	- 0,001 38	- 0,004 19	0,010 09
[37]-[36]	0,164 722	0,056 78	0,003 57	- 0,003 50	0,008 95
[8(41)]-[37]	0,164 811	0,065 81	0,005 80	- 0,003 25	0,010 94
[36]-[8(41)]	0,164 932	- 0,108 28	0,004 95	- 0,007 23	0,013 29
[37]-[21]	0,165 586	- 0,196 30	0,002 23	- 0,001 36	0,010 51

Contrainte n° 1 [8(41)] = 0,3000 mg (valeur du fichier)

Différences : pesée « directe »

RÉSULTAT DE LA PESÉE

Masses	Val. nom. (mg)	Excès (mg)	Écart-type (mg)
[8(41)]	1 000 000	0,300 00	0,000 00
[21]	1 000 000	0,045 91	0,003 61
[36]	1 000 000	0,186 77	0,003 61
[37]	1 000 000	0,239 98	0,003 61

Écart-type de la sous-pesée : 0,005 11 mg

Cette pesée est stockée sous le nom PES/91-63 sur le disque BNBSO4 et traitée avec le fichier R10-50 enregistré PRE/91-59.

Fig. 1 (a). — Exemple d'impression du fichier d'une pesée « directe ». Le premier bloc de données indique les références des kilogrammes prototypes et de l'équipement utilisés, le deuxième les lectures de la balance en divisions de l'échelle utilisée, et le troisième les lectures relatives aux conditions de chaque pesée. Ces données sont suivies des différences de masse observées et du résultat de la pesée.

PESÉE À LA BALANCE NBS-2

Registre : R10-52 (9 h 09-12 h 28)
 6 Mars 1991
 Kilogrammes [8(41)] [21] [36] [37]
 Thermomètre : RE2 Résistance étalon : 225350
 Pont : F17A Temp. R. étalon : 20,5 °C Corr. j. pression : 781 Pa

Sous-pesées	B	A	A + S	B + S	B	B - A
1	8827	7406	25989	27358	8827	1394,7
2	7147	7896	26281	25440	7236	- 795,1
3	8089	8277	26796	26538	8169	- 222,8
4	8305	8574	27046	26722	8382	- 296,2
5	8593	7976	26359	26971	8650	614,1
6	7137	8129	26594	25492	7245	- 1 047,0

Lect. ASL	Temp. °C	Lect. Press	Pression Pa	Hygr.	CO ₂	M. vol. air
1	2,754 8570	20,381	101 278,0	0,490	0,000 65	1,197 25
2	2,754 8610	20,381	101 278,0	0,490	0,000 65	1,197 25
3	2,754 8720	20,382	101 277,5	0,490	0,000 65	1,197 22
4	2,754 8810	20,382	101 277,0	0,490	0,000 65	1,197 23
5	2,754 8910	20,383	101 277,5	0,490	0,000 65	1,197 23
6	2,754 9020	20,385	101 278,0	0,490	0,000 65	1,197 23

Masse de la surcharge : 3,026 6 mg

Comparaison	Val. div. (microg)	Diff. (mg)	Obs.-Calc. (mg)	Dérives en mg chgt. masse déplt. surch.	
[8(41)]-[21]	0,163 097	0,248 20	0,000 20	- 0,004 20	0,004 21
[21]-[36]	0,165 434	- 0,134 77	- 0,000 20	- 0,007 66	0,015 00
[36]-[37]	0,164 094	- 0,047 10	0,005 14	- 0,005 80	0,012 31
[37]-[8(41)]	0,164 433	- 0,053 66	0,005 54	- 0,004 57	0,010 85
[8(41)]-[36]	0,164 918	0,118 77	0,005 34	- 0,000 48	0,005 15
[21]-[37]	0,164 886	- 0,186 41	0,000 40	- 0,009 10	0,018 03

Contrainte n° 1 [8(41)] = 0,3000 mg (valeur du fichier)

Différences : pesée « opposée »

RÉSULTAT DE LA PESÉE

Masses	Val. nom. (mg)	Excès (mg)	Écart-type (mg)
[8(41)]	1 000 000	0,300 00	0,000 00
[21]	1 000 000	0,052 00	0,003 78
[36]	1 000 000	0,186 57	0,003 78
[37]	1 000 000	0,238 81	0,003 78

Écart-type de la sous-pesée : 0,005 35 mg

Cette pesée est stockée sous le nom PES/91-65 sur le disque BNBSO4 et traitée avec le fichier R10-50 enregistré PRE/91-59.

Fig. 1 (b). — La pesée « opposée » correspondant à la pesée « directe » mentionnée précédemment figure 1 (a).

5/6 mars 1991

Comparaison des prototypes nationaux (Groupe 2)

Liste des étalons : 8(41) 21 36 37

Contrainte	8(41)	21	36	37
Contrainte	=			0,321 54
Observations				
8(41)-21	=	0,250 73		
21-36	=	-0,137 13		
36-37	=	-0,051 94		
37-8(41)	=	-0,060 74		
8(41)-36	=	0,113 53		
21-37	=	-0,191 36		
Écart-type d'une observation				0,000 81

Masses des étalons et écarts-types	8(41)	21	36	37
8(41)	:	0,321 54		
21	:	0,070 49		
36	:	0,208 21		
37	:	0,260 93		

Équations normées	3	-1	-1	1	1	0,424 99
	-1	3	-1	-1	0	-0,579 21
	-1	-1	3	-1	0	-0,028 34
	-1	-1	-1	3	0	0,182 56
	1	0	0	0	0	0,321 54

Variance et covariances réduites (multipliées par 1 000)

0	0	0	0
0	500	250	250
0	250	500	250
0	250	250	500

Observations et contraintes enregistrées dans le fichier R10-51/52 du disque FIMAO2.

Fig. 1 (c). — Différences de masse calculées par la méthode des moindres carrés à partir des moyennes de chacune des sous-pesées des figures 1 (a) et 1 (b) ; la contrainte correspond à la valeur provisoire du prototype n° 8(41). Ces valeurs sont suivies des excès, par rapport à 1 kg, de la masse des prototypes comparés, excès exprimés en milligramme, et des incertitudes associées.

5 mars/25 avril 1991

Comparaison des prototypes nationaux (Groupe 2)

Liste des étalons : 8(41) 21 36 37 38 40 44 53 54 32 60 65

Contrainte	8(41)	21	36	37	38	40	44	53	54	32	60	65
Contrainte	=											
Observations												
8(41)-21	=	0,250 73										
21-36	=	-0,137 13										
36-37	=	-0,051 94										
37-8(41)	=	-0,060 74										
8(41)-36	=	0,113 53										
21-37	=	-0,191 36										
36-37	=	-0,051 62										
37-38	=	0,017 14										
38-40	=	0,276 22										
40-36	=	-0,241 06										
36-38	=	-0,035 08										
37-40	=	0,291 96										
38-40	=	0,277 27										
40-8(41)	=	-0,353 08										
8(41)-21	=	0,252 03										
21-38	=	-0,175 18										
38-8(41)	=	-0,075 46										
40-21	=	-0,103 60										
44-53	=	0,165 65										
53-54	=	-0,080 50										
54-32	=	0,066 87										
32-44	=	-0,151 89										
44-54	=	0,084 07										
53-32	=	-0,013 79										
54-32	=	0,066 95										
32-60	=	-0,158 96										
60-65	=	0,087 09										
65-54	=	-0,006 32										
54-60	=	0,095 05										
32-65	=	-0,074 00										
60-65	=	0,086 58										
65-44	=	-0,077 86										
44-53	=	0,166 33										
53-60	=	-0,173 64										
60-44	=	0,010 07										
65-53	=	0,087 72										

Observations	8(41)	21	36	37	38	40	44	53	54	32	60	65
Observations												
8(41)-21	=	0,250 73										
21-36	=	-0,137 13										
36-37	=	-0,051 94										
37-8(41)	=	-0,060 74										
8(41)-36	=	0,113 53										
21-37	=	-0,191 36										
36-37	=	-0,051 80										
37-38	=	0,016 34										
38-40	=	0,276 22										
40-36	=	-0,240 76										
36-38	=	-0,035 46										
37-40	=	0,292 56										
38-40	=	0,276 22										
40-8(41)	=	-0,353 06										
8(41)-21	=	0,250 50										
21-38	=	-0,173 65										
38-8(41)	=	-0,076 84										
40-21	=	-0,102 57										
44-53	=	0,165 60										
53-54	=	-0,081 67										
54-32	=	0,066 87										
32-44	=	-0,151 26										
44-54	=	0,083 93										
53-32	=	-0,014 34										
54-32	=	0,067 33										
32-60	=	-0,159 72										
60-65	=	0,087 14										
65-54	=	-0,005 25										
54-60	=	0,092 39										
32-65	=	-0,072 58										
60-65	=	0,087 14										
65-44	=	-0,078 69										
44-53	=	0,165 60										
53-60	=	-0,174 06										
60-44	=	0,008 46										
65-53	=	0,086 91										

Observations	8(41)	21	36	37	38	40	44	53	54	32	60	65
Observations												
8(41)-21	=	0,250 73										
21-36	=	-0,137 13										
36-37	=	-0,051 80										
37-8(41)	=	-0,060 50										
8(41)-36	=	0,112 31										
21-37	=	-0,189 99										
36-37	=	-0,051 80										
37-38	=	0,016 34										
38-40	=	0,276 22										
40-36	=	-0,240 76										
36-38	=	-0,035 46										
37-40	=	0,292 56										
38-40	=	0,276 22										
40-8(41)	=	-0,353 06										
8(41)-21	=	0,250 50										
21-38	=	-0,173 65										
38-8(41)	=	-0,076 84										
40-21	=	-0,102 57										
44-53	=	0,165 60										
53-54	=	-0,081 67										
54-32	=	0,066 87										
32-44	=	-0,151 26										
44-54	=	0,083 93										
53-32	=	-0,014 34										
54-32	=	0,067 33										
32-60	=	-0,159 72										
60-65	=	0,087 14										
65-54	=	-0,005 25										
54-60	=	0,092 39										
32-65	=	-0,072 58										
60-65	=	0,087 14										
65-44	=	-0,078 69										
44-53	=	0,165 60										
53-60	=	-0,174 06										
60-44	=	0,008 46										
65-53	=	0,086 91										

Fig. 1 (d). — Début de la liste des résultats pour les prototypes du groupe G2 commençant par les valeurs données précédemment dans la figure 1 (c).

Au cours de la troisième vérification périodique,

- la température est restée comprise entre 20,2 °C et 21,2 °C;
- la pression atmosphérique a pu être maintenue très près de la pression atmosphérique normale (entre 101 260 Pa et 101 500 Pa) grâce à un dispositif utilisé au moment de la fermeture de l'enceinte de la balance;
- l'humidité, étant régulée dans la salle des balances, a pu être maintenue entre 0,45 et 0,54 environ;
- la teneur en dioxyde de carbone est restée comprise entre 0,000 55 et 0,000 75.

Si l'on ne veut pas avoir une incertitude supérieure à 0,2 µg sur la correction de poussée de l'air, étant donnée la différence maximale de volume de 0,12 cm³, il faut que la masse volumique de l'air soit connue avec une incertitude relative d'environ 1×10^{-3} , ce qui est largement réalisé.

L'utilisation de la « Formule pour la détermination de la masse volumique de l'air humide (1981) » ou de celle de (1981/91) n'entraîne donc aucune erreur significative sur les corrections de poussée de l'air.

ANNEXE 2

Correction de poussée de l'air

Au cours des comparaisons de la troisième vérification périodique, il a été nécessaire d'appliquer une correction de poussée de l'air. Celle-ci est calculée à partir de la température, de la pression atmosphérique, de l'humidité et de la teneur en CO₂ de l'air ainsi que du volume des étalons, à l'aide de la « Formule pour la détermination de la masse volumique de l'air humide (1981) » [5].

Le récepteur thermique est une sonde Rosemount de 25 Ω; sa résistance est mesurée à l'aide d'un pont de résistance Automatic Systems Laboratories (ASL, modèle F17A), où le dernier digit représente 0,1 mK. La résistance de cette sonde a été comparée à celle d'un thermomètre à résistance à tige de fabrication Tinsley à la température ambiante en 1991 et montre une excellente stabilité dans le temps.

La pression atmosphérique à l'intérieur de l'enceinte est mesurée à l'aide d'une jauge Garrett de type absolu ayant un domaine de mesure compris entre zéro et 120 000 Pa, avec une précision de 1 Pa. Le capteur en quartz est de type capacitif. Cette jauge a été comparée tous les un à deux mois au manobaromètre interférentiel du BIPM [11] avec une incertitude de l'ordre de 0,2 Pa. Entre deux comparaisons on peut considérer que la pression atmosphérique à l'intérieur de l'enceinte était connue à environ 2 Pa.

L'humidité est mesurée avec un capteur résistif au chlorure de lithium associé à un lecteur Hydrodynamics. Il a été comparé à un hygromètre EG & G à point de rosée par une circulation d'air en circuit fermé à l'intérieur de l'enceinte, à quatre reprises au cours de la vérification périodique. L'incertitude sur l'humidité était probablement un peu inférieure à 0,01.

La teneur en dioxyde de carbone (CO₂) est mesurée après préparation de chaque *balance*, par prélèvement de l'air, au niveau du plateau de la balance, avant la fermeture de l'enceinte. Cette mesure est effectuée avec un analyseur infrarouge Lira 3000 de chez MSA. Le gaz étalon était un mélange d'azote contenant 900×10^{-6} de CO₂ pour une capacité de 1000×10^{-6} de l'appareil.

Le volume utilisé pour chaque prototype était celui déterminé à son origine. La différence maximale de volume entre deux étalons participant à la troisième vérification périodique était de l'ordre de 0,12 cm³.

Les prototypes mentionnés dans les paragraphes suivants ont été tirés du même lingot dans l'année indiquée* :

- Les prototypes n^{os} 62 et 63, en 1972 ;
- Les prototypes n^{os} 65 à 67 et les étalons n^{os} 650 et 651, en 1979 ;
- Les prototypes n^{os} 68 à 73 et l'étalon n^o 690, en 1981 ;
- Les prototypes n^{os} 74 à 80, en 1986.

Les étalons n^{os} 650, 651, 690 et 691 sont des étalons dont la masse est descendue au-dessous de la tolérance (1 kg - 1 mg) au cours de leur ajustage. L'étalon n^o 651 a été cédé au National Physical Laboratory (Royaume-Uni) en échange d'une ébauche en platine iridié fabriquée par Englehard au Royaume-Uni dont il a été tiré l'étalon n^o 691.

Le tableau IV donne la composition de chacun de ces lingots.

TABLEAU IV

Composition de l'alliage des prototypes en platine iridié n^o 62 à n^o 80

n ^{os}	62-63	64	65-66-67 650-651		68 à 73 690	74 à 80
			fraction massique × 10 ⁶			
Iridium	98 700	100 400	97 000	97 500		99 600
Palladium	70	7	10	20		20
Rhodium	50	20	300	50		70
Argent	10	30	10	10		2
Bore	10	6				1
Calcium	1	2	< 1	< 1		< 1
Cuivre	20	6	50	100		20
Fer	50	10	100	200		20
Magnésium	1	< 1	< 1	< 1		< 10
Manganèse			< 1			
Nickel	20		20	20		10
Or	30	10	< 1	20		10
Plomb	3					
Silicium	30	8	10			20
Platine	le reste					

* Je voudrais indiquer ci-dessous, pour les prototypes plus anciens, la même information, qui n'a pas été mentionnée dans les publications antérieures :

- Les prototypes n^{os} 41 et 42, en 1928 ;
- Les prototypes n^{os} 43, 44 et 47, en 1938 ;
- Les prototypes n^{os} 45, 46 et 48, en 1938 ;
- Les prototypes n^{os} 49 et 50, en 1949 ;
- Les prototypes n^{os} 60 et 61 et l'étalon E59 (voir l'Annexe 4 pour ce dernier), en 1963.

ANNEXE 3

Fabrication des prototypes en platine iridié

Dans les deux publications rendant compte de la comparaison initiale des quarante premiers prototypes en platine iridié entre eux et au prototype international du kilogramme [13], ainsi que de la deuxième vérification périodique des prototypes nationaux du kilogramme [1], il est donné un certain nombre d'indications sur les propriétés physiques (composition de l'alliage, masse volumique) des prototypes n^{os} 1 à 61.

Je voudrais ici donner ces mêmes renseignements pour les prototypes fabriqués depuis près de vingt ans (prototypes n^{os} 62 à 80). Ces données peuvent être utiles à la communauté métrologique intéressée par le domaine de la masse. Le terme « prototype » concerne les étalons en platine iridié étudiés à leur origine au BIPM et dont la masse de 1 kg est ajustée dans la limite de 1 mg. La liste de ces « prototypes » comporte les numéros 1 à 80 (septembre 1993).

Alliage de platine iridié — réalisation des prototypes

C'est la société Johnson-Matthey Ltd. à Londres (Royaume-Uni) qui a été chargée de l'élaboration des lingots successifs. L'alliage constituant les prototypes contient 90 % de platine et 10 % d'iridium mais aussi d'autres métaux en faible quantité. Lors de la fabrication de chaque lingot des analyses spectrographique et chimique de l'alliage sont pratiquées, ainsi qu'une radiographie par rayons gamma pour vérifier l'absence de cavités.

Le procédé de fabrication des lingots ayant servi à la réalisation des prototypes n^{os} 62 à 64 a été le même que celui décrit par A. Bonhoure [14]. Les lingots suivants ont été fabriqués suivant une nouvelle méthode [12].

Les ébauches provenant des lingots sont amenées à une masse de 1 kg plus quelques dizaines de grammes. La masse volumique de l'alliage est ensuite déterminée au BIPM sur chaque ébauche. La finition (polissage et ajustage) des étalons n^{os} 62 et 63 a été réalisée à l'aide de pâtes à base de poudre de diamant dont les grains sont de plus en plus petits. Tous les prototypes dont les numéros sont compris entre 64 et 80 ont été réalisés (usinés, polis et ajustés) à l'aide d'un outil à pointe de diamant [12].

Détermination de la masse volumique

La masse volumique de l'alliage est déterminée sur chaque ébauche par la méthode hydrostatique en utilisant l'eau comme étalon de référence. L'eau dite « du robinet » au BIPM est bidistillée. On lui admet une masse volumique à 4 °C égale à 999,972 kg·m⁻³ et sa dilatation thermique, celle donnée par Chappuis [15].

L'Union internationale de chimie pure et appliquée (UICPA) avait, en 1976, recommandé l'utilisation d'une table de masse volumique du Standard Mean Ocean Water (SMOW) [16]. Dans cette table, la masse volumique à 4 °C était admise comme 999,975 kg·m⁻³ et la dilatation une moyenne pondérée proposée par Bigg [17]. La masse volumique de l'eau du robinet bidistillée au BIPM est plus légère que celle du SMOW d'environ 0,003 kg·m⁻³ et donc admise égale à 999,972 kg·m⁻³ [18]. Par souci de continuité et d'homogénéité, la table de dilatation de l'eau de Chappuis a été conservée. Lorsqu'une nouvelle table de la masse volumique de l'eau sera établie par le Comité consultatif pour la masse et les grandeurs apparentées (CCM), il sera ainsi facile de transformer les valeurs des masses volumiques (ou volumes).

Depuis 1980 (prototype n^o 65) on tient compte, au BIPM, de la quantité de gaz dissous contenue dans l'eau au moment des pesées. La différence de masse volumique entre une eau saturée en gaz atmosphériques dissous et celle dégazée en fonction de la température de l'eau a été étudiée par plusieurs chercheurs [19]. Une étude faite au BIPM en 1981 [20] a montré que cet effet de gaz atmosphériques dissous dans l'eau variait linéairement en fonction du taux de saturation, à une température donnée.

Telles qu'étaient conduites les déterminations de masse volumique au BIPM jusqu'en septembre 1993, on admettait que la quantité de gaz atmosphériques dissous, à la température des pesées (22 °C environ), était de l'ordre de 0,6 fois la saturation.

Le tableau V donne les valeurs des masses volumiques des prototypes et étalons en platine iridié déterminées depuis 1972 par lingots successifs. On pourra noter la bonne homogénéité des masses volumiques du platine iridié dans chaque lingot.

TABLEAU V

Masse volumique à 0 °C des prototypes en platine iridié n^o 62 à n^o 80 et des étalons n^{os} 650, 651, 690, 691

n ^o	Masse volumique/kg·m ⁻³
62	21 546,64
63	21 546,68
64	21 555,98
65	21 535,30
66	21 535,27
67	21 535,40
650	21 535,37
651	21 535,15
68	21 544,82
69	21 544,53
70	21 544,57
71	21 545,10
72	21 544,68
73	21 544,62
690	21 544,65
74	21 557,34
75	21 557,23
76	21 557,27
77	21 557,32
78	21 557,33
79	21 557,37
80	21 557,31
691	21 534,38

ANNEXE 4

Quelques renseignements
sur les prototypes en platine iridié

Renseignements

- n° K1 Témoin de ⚬ à partir de 1889^(a).
- 1 Témoin de ⚬ à partir de 1889^(a), réformé en 1925 après une chute, remplacé comme témoin par le n° 7 (non attribué).
- 2 Attribué à la Roumanie en 1891 (PV* 1891, p. 29).
- 3 Attribué à l'Espagne en 1889^(b).
- 4 Attribué aux États-Unis d'Amérique en 1889^(b).
- 5 Attribué à l'Italie en 1889^(b).
- 6 Attribué au Japon en 1889^(b).
- 7 Témoin de ⚬ depuis 1925 (PV 1925, p. 62; 7^e CGPM*, 1927, p. 79).
- 8(41) Porte le n° 41 et ses accessoires le n° 8. Puisqu'il n'y a pas de prototype marqué 8 on nomme celui-ci 8(41). Témoin de ⚬ en 1905 (PV 1905, p. 110; 4^e CGPM, 1907, p. 37).
- 9 Attribué au BIPM en 1889^(b). Chute dans la balance Bunge en septembre 1949 (PV 1950, p. 32).
- 10 Attribué au Portugal en 1889^(b).
- 11 Attribué à la Serbie en 1889^(b), endommagé en 1907 et remplacé en 1925 par le n° 29 appartenant auparavant au Conservatoire national des arts et métiers, Paris, France (PV 1925, p. 15 et p. 82).
- 12 Attribué à la Russie en 1889^(b).
- 13 Attribué à la France en 1889^(b).
- 14 Attribué à l'Autriche en 1889^(b).
- 15 Attribué à la Bavière en 1889^(b).
- 16 Attribué à la Hongrie en 1889^(b).

- 17 Attribué à la France en 1889^(b), détenu par l'Administration des Monnaies, puis par le Service des instruments de mesure (PV 1952, p. 46). En 1993, il est déposé au Département métrologie et qualité à Ivry-sur-Seine, dépendant de l'École des mines de Douai (France).
- 18 Attribué à la Grande-Bretagne en 1889^(b).
- 19 Attribué à l'Italie en 1889^(b).
- 20 Attribué aux États-Unis d'Amérique en 1889^(b).
- 21 Attribué au Mexique en 1891 (PV 1891, p. 28).
- 22 Attribué à l'Allemagne en 1889^(b), accidenté en 1944 à Berlin.
- 23 Attribué à la Finlande en 1890 (PV 1890, p. 52).
- 24 Attribué à l'Espagne en 1889^(b).
- 25 Attribué à la France en 1889^(b), détenu par l'Observatoire de Paris jusqu'en 1958, époque à laquelle il a été acheté par le BIPM (PV 1958, p. 19).
- 26 Attribué à l'Académie de Saint-Petersbourg (Russie) en 1889^(b).
- 27 Attribué au Danemark en 1889^(b), réformé en 1946, remplacé par le n° 48 en 1949 (PV 1950, p. 16).
- 28 Attribué à la Belgique en 1889^(b).
- 29 Appartenant au Conservatoire national des arts et métiers, Paris, France jusqu'en 1925, puis au Royaume des Serbes, Croates et Slovènes en remplacement du n° 11, accidenté (PV 1925, p. 15).
- 30 Attribué au Japon en 1894 (PV 1894, p. 91).
- 31 Attribué au BIPM en 1889^(b). Chute dans la balance Bunge en février 1951 (PV 1952, p. 45).
- 32 Témoin de ⚬ en 1905 (PV 1905, p. 110; 4^e CGPM, 1907, p. 37).
- 33 Attribué à l'Autriche en 1889^(b).
- 34 Attribué à la France en 1889^(b), détenu par l'Académie des sciences de Paris.
- 35 Attribué à la France en 1889^(b).
- 36 Attribué à la Norvège en 1889^(b).
- 37 Attribué à la Belgique en 1889^(b).
- 38 Attribué à la Suisse en 1889^(b).
- 39 Attribué au Japon en 1894 (PV 1894, p. 91). Il a été cédé en 1958 à la République de Corée après la seconde guerre mondiale.
- 40 Attribué à la Suède en 1889^(b).

- 41 Attribué à la Tchécoslovaquie en 1929 (8^e CGPM, 1933, p. 38) ; appartenant à la République slovaque depuis 1993.
- 42 Attribué à la Turquie en 1935 (PV 1935, p. 26), réformé en 1953 (PV 1954, p. 22) et échangé contre le n° 54. Le n° 42 a été conservé par le BIPM ; il est maintenant accompagné d'une surcharge et connu sous le n° 42'.
- 43 Témoin de S en 1939 (PV 1939, p. D 10).
- 44 Attribué à l'Australie en 1947 (PV 1948, p. 30).
- 45 Attribué à l'Argentine en 1939 (PV 1939, p. D 11) ; perdu en 1986.
- 46 Attribué aux Indes néerlandaises en 1939 (PV 1939, p. D 11) devenues l'Indonésie.
- 47 Témoin de S en 1939 (PV 1939, p. D 10).
- 48 Attribué au Danemark en 1949 en remplacement du n° 27 (PV 1950, p. 16).
- 49 Attribué à l'Autriche en 1951 (PV 1952, p. 30).
- 50 Attribué au Canada en 1951 (PV 1952, p. 30).
- 51 Attribué à la Pologne en 1952 (PV 1952, p. 30).
- 52 Attribué à l'Allemagne en 1954 (PV 1954, p. 22).
- 53 Attribué aux Pays-Bas en 1953 (PV 1954, p. 22).
- 54 Attribué à la Turquie en 1953 (PV 1954, p. 22) en remplacement du n° 42.
- 55 Attribué à l'Allemagne en 1954 (PV 1956, p. 45) ; appartenant à la République fédérale d'Allemagne, depuis la réunification en 1990.
- 56 Attribué à l'Afrique du Sud en 1955 (PV 1956, p. 25).
- 57 Attribué à l'Inde en 1958 (PV 1958, p. 19).
- 58 Attribué à la République arabe unie en 1963 (PV 1964, p. 44), appartenant maintenant à la République arabe d'Égypte.
- 59 Cet étalon a été acheté par le National Research Laboratory of Metrology (Japon) à Stanton Instruments (Royaume-Uni) en 1963. C'est par erreur qu'il a été inclus dans la liste des prototypes en platine iridié. Au NRLM il porte le n° E59.
- 60 Attribué à la République populaire de Chine en 1963 (PV 1965, p. 39).
- 61 Attribué à la République populaire de Chine en 1963 (PV 1965, p. 39) ; réformé en 1978 et remplacé par le n° 64.
- 62 Appartenant à l'Istituto di Metrologia G. Colonnetti, Turin, Italie, depuis 1974 (PV 1974, p. 41).

- 63 Appartenant au BIPM depuis 1974.
(Les prototypes n° 62 et n° 63 sont les deux seuls prototypes polis et ajustés à l'aide de pâte à base de poudre de diamant.)
- 64 Attribué à la République populaire de Chine en 1983 (PV 1984, p. 50). C'est le premier prototype usiné, poli et ajusté à l'aide d'un outil à pointe de diamant.
- 65 Attribué à la Tchécoslovaquie en 1981 (PV 1982, p. 36) ; il appartient à la République slovaque depuis 1993.
- 66 Attribué au Brésil en 1983 (PV 1984, p. 50).
- 67 Appartenant au BIPM depuis 1983 (PV 1984, p. 50).
- 68 Attribué à la République populaire démocratique de Corée en 1987 (PV 1987, p. 37).
- 69 Attribué au Portugal en 1987 (PV 1987, p. 37).
- 70 Attribué à la République fédérale d'Allemagne en 1987 (PV 1987, p. 37).
- 71 Attribué à Israël en 1987^(c).
- 72 Attribué à la République de Corée en 1989^(c).
- 73 Appartenant au BIPM depuis 1988^(c).
- 74 Attribué au Canada en 1989^(c).
- 75 Appartenant au Hong Kong Government Standards and Calibration Laboratory, Hong Kong depuis 1992^(c).
- 76 Appartenant à l'Istituto di Metrologia G. Colonnetti depuis 1993 (PV 1994, à paraître).
- 77 Appartenant au BIPM depuis 1992^(c).
- 78 Non attribué.
- 79 Non attribué.
- 80 Non attribué.

* PV : abréviation de *Proc.-verb. Com. int. poids et mesures*.

+ CGPM : abréviation de *Comptes Rendus Conf. gén. poids et mesures*.

(a) 1^{re} CGPM, 1889, p. 48.

(b) 1^{re} CGPM, 1889, p. 40.

(c) distribués après la 3^e vérification périodique des prototypes nationaux du kilogramme, en 1993.

BIBLIOGRAPHIE

1. BONHOURS A., *BIPM Travaux et Mémoires*, 1966, **22**, C1-C71.
2. *BIPM Proc.-verb. Com. int. poids et mesures*, 1986, **54**, 56-58.
3. *BIPM Proc.-verb. Com. int. poids et mesures*, 1989, **57**, 15-16.
4. GIRARD G., Le nettoyage-lavage des prototypes du kilogramme au BIPM, BIPM 1990, 19 pages.
5. GIACOMO P., *Metrologia*, 1982, **18**, 33-40.
6. DAVIS R. S., *Metrologia*, 1992, **29**, 67-70.
7. ALMER H. E., *J. Res. N.B.S.*, 1972, **76C**, 1-10.
8. *BIPM Proc.-verb. Com. int. poids et mesures*, 1974, **42**, 37-40.
9. *BIPM Proc.-verb. Com. int. poids et mesures*, 1988, **56**, 59-61.
10. *BIPM Proc.-verb. Com. int. poids et mesures*, 1983, **51**, 40-43.
CARRÉ P., DAVIS R. S., *J. Res. N.B.S.*, 1985, **90**, 331-339.
11. BONHOURS J., TERRIEN J., *Metrologia*, 1968, **4**, 59-68 et 148.
12. QUINN T. J., *Platinum Metals Review*, Johnson Matthey, 1986, **30**, 74-79.
BIPM Proc.-verb. Com. int. poids et mesures, 1981, **49**, 40-43.
13. TORNOË H., *BIPM Travaux et Mémoires*, 1890, **7**, 1-9.
THIÈSEN M., *BIPM Travaux et Mémoires*, 1898, **9**, 3-21, B3-B48, C3-C48.
14. BONHOURS A., *Microtecnic*, 1952, **VI**, 204-206.
15. CHAPPUIS P., *BIPM Travaux et Mémoires*, 1907, **13**, D1-D41.
16. IUPAC Commission I.4, Recommendation for Redetermination of the Absolute Density of Water, *Pure and Appl. Chem.*, 1976, **45**, 1-9.
17. BIGG P. H., *Brit. J. Appl. Phys.*, 1967, **18**, 521-525.
18. GIRARD G., MENACHÉ M., *C. R. Acad. Sci.*, Paris, 1972, **274**, Série B, 377-379.
MENACHÉ M., BEAUVERGER C., GIRARD G., *Annales Hydrographiques*, Paris, 1978, **6**, N° 750, 37-76.
19. BIGNELL N., *Metrologia*, 1983, **19**, 57-59.
20. GIRARD G., COARASA M.-J., *Proc. Conf. Precise Measurement Fundamental Constants II*, 1981, NBS Special Pub. **617**, 1984, 453-459.