C2I 2019

28 - 29 - 30 JANVIER

CAMPUS ARTS ET MÉTIERS
BORDEAUX - TALENCE

© V.MENDEL/A.DJERBI/JC.MOSCHETTI/E.PERRIN/C.FRESILLON/H.RAGUET/S.MAILFERT/L.RIGLET/CNRS Photothèque

8ième COLLOQUE INTERDISCIPLINAIRE EN INSTRUMENTATION

INSTRUMENTATION ET USINE DU FUTUR

c2i-2019.sciencesconf.org

Liste des sponsors

Casden
Vous êtes fonctionnaire ? Découvrez les offres CASDEN faites pour vous ! Banque Coopérative. Site 100

Société Française de Thermique
La Société Française de Thermique, société savante, couvre, au travers de ses adhérents, tous les champs théoriques et appliqués de la Thermique.

INRA
Accès au portail actu...

Acal BFi
Raman, NIR, Process Analytical Technologies, Caméras haute cadence, haute vitesse, visible, thermique et Infrarouge

Newport
Newport provides a wide range of photonics technology and products designed to enhance the capabilities and productivity of our customers' applications.

CNRS
Centre National de la Recherche Scientifique

AMPT
Arts et Métiers ParisTech

Nouvelle Aquitaine
La Nouvelle-Aquitaine, partenaire de la jeunesse

Bordeaux Métropole
vivre habiter....

Carnot Arts
Votre partenaire RD pour relever les défis de l'industrie du futur.

Société Française d'Optique

La Société Française d'Optique (SFO), la société des acteurs de l'optique et de la photonique en France.

Interpore

InterPore is a non-profit-making independent scientific organization established in 2008. We aim to advance and disseminate knowledge for the understanding, .

Bordeaux INP

Bordeaux INP dispense des formations scientifiques et techniques de haut niveau

Université de bordeaux

"campus d'excellence", 52000 étudiants, 3000 enseignants chercheurs

I2M

I2M : Explorer des mosaïques de petits mécanismes pour concevoir les grandes machines de demain.

TRESCAL

Trescal, la métrologie au service de votre performance

Epsilon

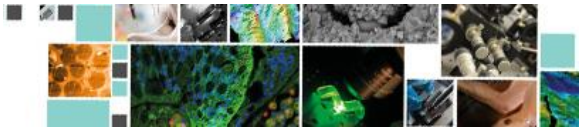
EPSILON est la seule société privée européenne de recherche spécialisée en thermique.

Thermoconcept

THERMOCONCEPT vous propose son expertise en mesure de conductivité thermique et en Contrôle Non Destructif (CND) par thermographie infrarouge.

Bronkhorst

Bronkhorst France présente une large variété de débitmètres massiques et régulateurs de débit massique pour gaz et liquides, en principe thermique et Coriolis



C2i 2019 : 8ème Colloque Interdisciplinaire en Instrumentation

28-30 janv. 2019 Talence (France)

L'instrumentation est au cœur des progrès scientifiques et industriels. Elle est aux confins des sciences fondamentales, des techniques de mesures, du traitement des signaux et de l'information et elle est incontournable pour les procédés industriels. L'instrumentation a une contribution majeure pour caractériser des matériaux, évaluer des défauts, étudier des états biologiques et elle contribue significativement à l'accroissement de la qualité et de la productivité industrielle.

Partant de ce constat initial, point de départ du précédent colloque, et en organisant la 8éme édition sur le site des Arts et Métiers qui accueille l'IRT Saint Exupéry, des cellules de transferts de technologie (Fahrenheit, Inef4), il nous apparût clair qu'un des enjeux majeurs est l'intégration de l'instrumentation dans l'usine du futur. Comment, demain, l'ensemble des mesures ponctuelles ou de champ doivent s'intégrer dans l'amélioration des procédés et conduire à une amélioration de la qualité des produits ? Comment trier, organiser, prioriser des volumes de données de plus en plus importants ? L'instrumentation et l'usine du futur prennent-elles pied dans le Big Data ?

Programme Atelier C2I

		Programme C2i 2019	
		Lundi 28 Janvier	
8:00	8:30	Accueil	Salle P109
8:30	9:30	Contrôle non destructif par méthodes acoustiques A.MEZIANE	
9:30	10:30	Mesure des propriétés thermophysiques J.C. BATSALE	
10:30	11:00	Pause Café	
11:00	12:00	Mesure en microscopie électronique et couplage RAMAN Y. ANGUY	
12:00	13:00	Microscopie Thermique J.L. BATTAGLIA	
13:00	14:00	Déjeuner	
14:00	15:00	Imagerie Multispectrale P. MOUNAIX	AMPHI B
15:00	16:00	Imagerie numérique ultra-rapide : principes et applications P. SLANGEN	
16:00	16:30	Pause Café	
16:30	17:30	Fabrication additive R.KROMER	

Programme Mardi 29 Janvier Matin

	Mardi 29 Janvier 2019	
08:00 - 08:15	Accueil	
08:15 - 08:30	Cérémonie d'ouverture du congrès	
08:30 - 08:45	Présentation flash des exposants	
08:45 - 09:15	Coupe du monde de football 2018 O.LY	
09:15 - 09:45	Les enjeux de la métrologie du futur J.LOPEZ	
09:45 - 10:15	Mesures abérantes J.RAGOT	
10:15 - 10:50	**Pause café - session poster - visite exposant**	
	Session 1 : Instrumentation et usine du futur	
10:50 - 11:50	Caractérisation thermique de pièces complexes 3D en utilisant un bras robotisé 6 axes couplé à une excitation laser pulsée Marta ROMANO PRADERE	
11:50 - 11:30	Identification du canal de propagation radiomobile Jean-Pierre BARBOT	
	Session 2 : CND 1	Session 3 : Mesure en procédés environnement et agroalimenatire -
11:30 - 11:50	Petits mais puissants optiquement : les micro-capillaires de verre pour l'étude de fluides et systèmes biologiques sous conditions sévères Patrick Bouriat	Modélisation des propriétés rhéologiques des pâtes céréalières à partir d'un système laser à jet d'air innovant Eloïse Lancelot
11:50 - 12:10	Estimation de résistance thermique entre cristal laser et système de refroidissement par thermographie infrarouge. Bastien Gavory	Adaptation et modification d'un pilote instrumenté semi-industriel combinant chauffage micro-ondes et centrifugation pour extraire des végétaux. Alice Angoy
12:10 - 12:30	Suivi électromagnétique RF de l'hydratation et du séchage d'un mortier MEHDI FERHAT	Mesure photoacoustique de la diatténuation linéaire Olivier Jacquin
12:30 - 12:50	Développement d'un dispositif de spectroscopie vibrationnelle pour le Contrôle Non Destructif d'explants de peau Alice Lemarquand	Quantification des flux collatéraux chez des patients présentant des coronaropathies sévères Agnès Drochon
13:00 - 14:00	**Déjeuner**	

Programme Mardi 29 Janvier Après midi

	Session 4 : Instrumentation et usine du futur	
14:00 - 14:20	Fonction de Transfert de Contraste des algorithmes de dé-bruitage d'images Pascal PICART	
14:20 - 14:40	Vers un étalon quantique pour des mesures de pression absolue de 200 Pa à 20 kPa basé sur une cavité hyperfréquence supraconductrice PASCAL GAMBETTE	
14:40 - 15:00	Dispositif ex vivo de suivi en temps réel des propriétés mécaniques de peau maintenue en survie par microrhéologie ultrasonore Vincent Gauthier	
	Session 5 : Métrologie de la terre , du climat et de l'univers	Session 6 : Intégration des capteurs aux structures mécaniques
15:00 - 15:20	Mesure de la résistivité électrique d'échantillons calcaire – caractérisation de la matrice Cécile Verdet	Caractérisation d'un gradient de déformation par mesure distribuée à l'aide d'une fibre optique Pascal Casari
15:20 - 15:40	Métrologie d'un site expérimental souterrain en domaine karstique Delphine Lacanette	Développement de capteurs acoustiques à ondes de surface pour monitoring des structures en béton Marc Duquennoy
15:40 - 16:00	Mise au point d'un banc d'étalonnage de profileurs de courant Marc Le Menn	Apport de la vibrométrie laser à balayage pour les expériences vibratoires au CEA-CESTA Maxence Claeys
16:00 - 16:20	Réalisation d'instrumentation selon les principes des Ressources Libres et de l'impression tridimensionnelle. Fabien Naessens	Système de monitoring de l'humidité des bois de structure Gael GODI
16:20 - 17:00	**Pause café - session poster - visite exposant**	
17:00 - 18:30	**Visite Laboratoire et Arts et Métiers**	
20:00 - 24:00	**Diner de gala (Café du port)**	

Programme Mercredi 30 Janvier

	Mercredi 30 Janvier 2019	
08:40 - 09:10	Instrumentation et métrologie P.LEROUX	
09:10 - 09:40	Le système de surveillance microclimatique N.HOUILLON	
09:40 - 10:00	Mesures in-situ lors de la fusion laser de poudres Robin KROMER	
	Session 7 : Microsyctème, microcapteur, multispectrale	Session 8 : électronique et système embarqué
10:00 - 10:20	Puce microfluidique instrumentée pour la caractérisation Hyper-fréquence de fluides par spectroscopie diélectrique Houssein Mariam	Développement d'acquisition de données d'un anémomètre sur carte Arduino Muriel Lagauzere
10:20 - 10:40	Capteurs de pression flexibles à base de PDMS poreux Sylvie BILENT	Instrumentation non invasive pour l'enregistrement de l'activité respiratoire chez le rat libre de ses mouvements dans un grand espace expérimental Dominique LIGOT
10:40 - 11:00	Imagerie thermo-spectroscopique d'un processus de séchage microfluidique dans la gamme infrarouge Moncef Lehtihet	Conception d'un système de mesure de la consommation électrique d'une habitation pour le suivi et l'identification des charges résidentielles Sarra Houidi
11:00 - 11:30	**Pause café - session poster - visite exposant**	
	Session 9 : CND 2	Session 10 : Mesure en procédés environnement et agroalimenatire
11:30 - 11:50	Caractérisation électromagnétique en bandes L et S du béton de chanvre MEHDI FERHATSeif Eddine Hamdi	Compréhension de l'impact des conditions thermiques hydriques et aérauliques sur la qualité finale d'un coproduit séchéà multi échelle Sarah Monfort (Gramond)
11:50 - 12:10	Caractérisation de sources de chaleur par méthode d'excitation Dirac Marie-Marthe Groz	Identification de fonctions de transfert dans une charge brasée sous vide à partir de modèles ARX Célien Zacharie
12:10 - 12:30	Modélisation multiphyque DPSM, application à la mécanique des fluides Dominique Placko	Caractérisation de la microstructure des membranes en carbure de silicium (SiC) pour la filtration des liquides chargés Mathilda Trevisan
12:30 - 12:50	Mesures par Imagerie de Résonance Magnétique en sciences pour l'ingénieur Jean-Christophe Perrin	Méthode pour la caractérisation des capacités de transferts de contacteur membranaire adaptée à l'œnologie Marion Breniaux
12:50 - 13:00	Cloture du congrés	
	Déjeuner	

Comité Directeur

Daniel Balageas (I2M Bordeaux)
Nicole Jaffrezic (CNRS, Université Claude Bernard Lyon 1)
François Lepoutre (CNAM Paris)
Pascal Picart (LAUM, ENSIM, Le Mans Université)
Dominique Placko (SATIE, ENS Cachan)
José Ragot (CRAN, Université de Lorraine)
Michel Robert (CRAN, Université de Lorraine)
François Auger (IREENA, Université de Nantes)

Comité Local

Ezan Boré Muriel
Duphil Audrey
Lebreton Gérard
Pennanech Cyril
Thouard Valérie

Comité Scientifique

Auger François (IREENA, Université de Nantes)
Bailleul Jean Luc (LTN, Université de Nantes)
Balageas Daniel (I2M, Bordeaux)
Bardeau Jean Francois (IMMM, Le Mans Université)
Batsale Jean Christophe (I2M, Bordeaux)
Bausells Joan (IMB, Barcelona)
Bosch Thierry (LAAS, ENSEEIHT, Toulouse)
Bouaziz Samir (Université Paris Sud)
Carlier Florent (Le Mans Université)
Casari Pascal (GEM, Université de Nantes)
Darriet Philippe (ISVV, Bordeaux)
Despaux Gilles (IES, Université de Montpellier)
Dilhaire Stefan (LOMA, Bordeaux)
Francis Clovis (Université Libanaise, Faculty of Engineering, Liban)
Gallion Phillipe (Telecom Paris Tech, Paris)
Ghaleb Hoblos (ESIGELEC, Rouen)
Ghidossi Rémy (ISVV, Bordeaux)
Goyheneche Jean Marc (CEA, Cestas)
Jaffrézic Nicole (Université de Lyon)
Kechida Sihem (LAIG, Guelma, Algérie)
Laguerre Jean Claude (Lasalle ESITPA, Beauvais)
Laheurte Raynald (I2M, Bordeaux)
Lanzetta Francçois (FEMTO, Université Franche Comté)
Lasseux Didier (I2M, Bordeaux)
Le Bihan Yann (GeePs, Université Paris Sud)
Mounaix Patrick (IMS, bordeaux)
Perrin Jean-Christophe (LEMTA, Université de Lorraine)
Picart Pascal (LAUM, ENSIM, Le Mans Université)
Pradère Christophe (I2M, Bordeaux)
Ragot Jose (CRAN, Nancy)
Robert Michel (CRAN, Université de Lorraine)
Sommier Alain (I2M, Bordeaux)
Vourch Eric (ENS Cachan)

Table des matières

AFFICHE_C2I_V4.pdf **1**

Liste des sponsors **2**

Programme_C2i_2019_V3.pdf **5**

Instrumentation et usine du futur **1**

Mesures aberrantes : détection, localisation, suppression, acceptation et robustesse, Ragot José 1

Dispositif ex vivo de suivi en temps réel des propriétés mécaniques de peau maintenue en survie par microrhéologie ultrasonore, Gauthier Vincent [et al.] 6

Vers un étalon quantique pour des mesures de pression absolue de 200 Pa à 20 kPa basé sur une cavité hyperfréquence supraconductrice, Gambette Pascal [et al.] 8

Mesure sub-pixel des contours par méthode VIC, François Marc Louis Maurice . 10

Identification du canal de propagation radiomobile, Barbot Jean-Pierre [et al.] . . 12

instrumentation et métrologie, Le Roux Pascal 15

Fonction de Transfert de Contraste des algorithmes de dé-bruitage d'images, Picart Pascal [et al.] 17

Caratérisation thermique de pièces complexes 3D en utilisant un bras robotisé 6 axes couplé à une excitation laser pulsé, Romano Marta [et al.] 20

Mesures in-situ lors de la fusion laser de poudres, Kromer Robin [et al.] 27

Application of Infrared Camera on Thermal Diagnosis of Building Envelope: Temperature and Heat Flux Estimations, Yang Yingying 28

Futurs usages de la LIBS dans le milieu industriel, Devismes Damien [et al.] . . . 33

Controle Non Destructif **36**

Caractérisation de sources de chaleur par méthode d'excitation Dirac, Groz Marie-Marthe [et al.] 36

Développement d'un dispositif de spectroscopie vibrationnelle pour le Contrôle Non Destructif d'explants de peau, Lemarquand Alice [et al.] 40

Modélisation multiphyque DPSM, application à la mécanique des fluides, Placko Dominique [et al.] 42

Mesures par Imagerie de Résonance Magnétique en sciences pour l'ingénieur, Perrin Jean-Christophe [et al.] 45

Caractérisation électromagnétique en bandes L et S du béton de chanvre, Ferhat Mehdi [et al.] 47

Operational modal identification and finite element modeling for structural health monitoring of wood-based structures, Hamdi Seif Eddine [et al.] 50

Estimation de résistance thermique entre cristal laser et système de refroidissement par thermographie infrarouge., Gavory Bastien [et al.] 53

Petits mais puissants optiquement : les micro-capillaires de verre pour l'étude de fluides et systèmes biologiques sous conditions sévères, Bouriat Patrick [et al.] . . 54

Microscopie Acoustique Non-linéaire, Essabbar Moad [et al.] 56

Développement de capteurs interdigités conformables pour le contrôle non destructif de structures, Duquennoy Marc 60

Suivi électromagnétique RF de l'hydratation et du séchage d'un mortier, Ferhat Mehdi [et al.] 66

Microsystèmes, Microcapteurs, Microthermique et Microfluidique **72**

Capteurs de pression flexibles à base de PDMS poreux, Bilent Sylvie [et al.] . . . 72

Puce microfluidique instrumentée pour la caractérisation Hyper-fréquence de fluides par spectroscopie diélectrique, Mariam Houssein [et al.] 80

Métrologie et instrumentation aux nano échelles, 84

In vino Veitas: Mise au point d'un dispositif à sonde optique fibrée pour la caractérisation microbiologique des vins, Jacob David 84

Instrumentation multi scpetrale, multi échelle 86

Imagerie thermo-spectroscopique InfraRouge d'un processus de séchage microfluidique., Lehtihet Moncef [et al.] 86

Instrumentation et imagerie médicale et biomédicale 93

Mesure photoacoustique de la diatténuation linéaire, Jacquin Olivier [et al.] . . . 93

Instrumentation en chimie, électrochimie 96

Mécanismes d'oxydation du laiton, du cuivre et du zinc en milieu confiné : Méthodologie de caractérisation de produits d'oxydation par des outils d'électrochimie, de spectroscopies Raman et Auger, Benart Sarah [et al.] 96

Mesure en procédés, environnement et agroalimentaire 99

Caractérisation de la microstructure des membranes en carbure de silicium (SiC) pour la filtration des liquides chargés, Trevisan Mathilda [et al.] 99

Méthode pour la caractérisation des capacités de transferts de contacteur membranaire adaptée à l'œnologie, Breniaux Marion [et al.] 106

Mesures aberrantes : détection, localisation, suppression, acceptation et robustesse, Ragot José 108

Instrumentation d'une plateforme d'essais pour l'étude du stockage-déstockage d'énergie sensible et son couplage avec la ventilation naturelle, Miguel Chen Austin [et al.] 119

Modélisation des propriétés rhéologiques des pâtes céréalières à partir d'un système laser à jet d'air innovant, Rebillard Adrien 125

Mesures par Imagerie de Résonance Magnétique en sciences pour l'ingénieur, Perrin Jean-Christophe [et al.] 131

Caractérisation électromagnétique en bande L du béton de chanvre, Ferhat Mehdi [et al.] 137

Identification de fonctions de transfert dans une charge brasée sous vide à partir de modèles ARX, Zacharie Célien [et al.] 142

Adaptation et modification d'un pilote instrumenté semi-industriel combinant chauffage micro-ondes et centrifugation pour extraire des végétaux., Angoy Alice [et al.] 148

Compréhension de l'impact des conditions thermiques hydriques et aérauliques sur la qualité finale d'un coproduit séché de l'échelle du séchoir de laboratoire puis à celle du semi industriel, Monfort (gramond) Sarah 153

Mesures en génie électrique **162**

The application of prognostic techniques in hybrid electrical vehicle's permanent magnet machine, Ginzarly Riham [et al.] 162

Conception d'un système de mesure de la consommation électrique d'une habitation pour le suivi et l'identification de charges résidentielles, Houidi Sarra [et al.] 169

Mesure en biomécanique, médecine et sport **175**

Quantification des flux collatéraux chez des patients présentant des coronaropathies sévères, Drochon Agnès 175

Intégration des capteurs aux structures mécaniques **181**

Développement d'un capteur de pression in-situ, Chiarelli Anne-Sophie [et al.] . . 181

Caractérisation d'un gradient de déformation par mesure distribuée à l'aide d'une fibre optique, Casari Pascal 183

Apport de la vibrométrie laser à balayage pour les expériences vibratoires au CEA-CESTA, Claeys Maxence [et al.] 185

Développement de capteurs acoustiques à ondes de surface pour le monitoring des structures en béton, Duquennoy Marc 191

Système de monitoring de l'humidite des bois de structure, Godi Gael [et al.] . . 197

Métrologie de la Terre, du Climat et de l'Univers **203**

Réalisation d'instrumentation selon les principes des Ressources Libres et de l'impression tridimensionnelle., Naessens Fabien [et al.] 203

La soufflerie à bas niveau de turbulence, Lagauzere Muriel [et al.] 208

Mesure de la résistivité électrique d'échantillons calcaire – caractérisation de la matrice, Verdet Cécile [et al.] 211

La soufflerie à bas niveau de turbulence, Lagauzere Muriel [et al.] 214

Mise au point d'un banc d'étalonnage de profileurs de courant, Le Menn Marc . . 219

Plate-forme tournante instrumentée pour la dynamique des fluides de l'environnement, Sommeria Joel [et al.] 226

Le système de surveillance microclimatique en continu, une aide à la gestion de la Grotte de Lascaux (Montignac, France), Houillon Nicolas [et al.] 232

Métrologie d'un site expérimental souterrain en domaine karstique, Lacanette Delphine [et al.] 237

Electronique et systèmes embarqués **244**

Développement d'acquisition de données d'un anémomètre sur carte Arduino, Lagauzere Muriel [et al.] 244

Développement d'acquisition de données d'un anémomètre sur carte Arduino, Lagauzere Muriel [et al.] 248

Auto-accord d'un transducteur ultrasonique pour applications médicales, Zhang Ming 253

Instrumentation non invasive pour l'enregistrement de l'activité respiratoire chez le rat libre de ses mouvements dans un grand espace expérimental, Ligot Dominique [et al.] 259

Liste des auteurs **265**

Instrumentation et usine du futur

Mesures aberrantes : détection, localisation, suppression, acceptation et robustesse

José RAGOT[1]

[1] *Centre de Recherche en Automatique de Nancy. CRAN - CNRS UMR 7039. Université de Lorraine. 2, avenue de la Forêt de Haye, TSA 60604, 54 518 Vandoeuvre-lès-Nancy Cedex*

1 Introduction

En raison de l'usage intensif des données, de l'accroissement de leur volume et de leur utilisation dans les outils de surveillance et de contrôle, le problème des valeurs aberrantes a pris une importance non négligeable durant les dernières décennies. La présence de valeurs anormales peut alors conduire à des estimations biaisées des paramètres caractérisant un système, à une interprétation des résultats qui peut être erronée conduisant ainsi à des prises de décision à risque. En dépit de la diversité des méthodes disponibles s'appuyant sur des outils statistiques bien établis, force est de constater que de nombreux logiciels ne présentent que des techniques très partielles de traitement des incohérences de mesure. Cet article ne se veut pas être un recensement de ces outils, mais veut sensibiliser le lecteur sur le problème des données aberrantes au travers de quelques exemples et situations simples.
Habituellement, lorsqu'on procède à la critique et à la validation des mesures collectées sur un processus physique, on teste l'adéquation des mesures vis-à-vis du modèle du processus (phase de détection des incohérences) puis on ajuste ces mesures au moyen de termes correctifs de façon à vérifier le modèle (phase d'estimation de l'état du processus). L'amplitude de ces termes correctifs est ensuite analysée, les valeurs les plus importantes pouvant être révélatrices de mesures aberrantes (phase de localisation d'erreurs). Si ces erreurs se révèlent importantes, les mesures correspondantes doivent être supprimées et on effectue généralement un nouvel ajustement des mesures restantes. Cette façon de procéder suppose donc, outre la connaissance des mesures, celle du modèle du processus qui sert de contrainte à l'estimation et aussi celle de la précision des mesures qui interviennent dans les fonctions poids affectant les différents termes correctifs. Depuis plusieurs décennies, les techniques de réconciliation de données ont été largement développées et appliquées dans de nombreux secteurs de l'industrie [4], [14]. C'est le cas notamment des secteurs chimiques [15, 12], thermique [10] et minéralurgiques [9, 21], où, en particulier, les méthodes de réconciliation de données et d'équilibrage de bilan-matière et de bilan-énergie sont bien implantées et ont fait l'objet de logiciels de portée générale ou adaptée à des applications particulières Bilco [5] et Algosys [2] dans le domaine minéral, Aspen dans le domaine chimique par exemple). Dans cette présentation, on rappelle les fondements du problème de réconciliation de données, en évoquant ensuite les difficultés d'application compte tenu d'hypothèses et de contraintes technologiques d'applicabilité. L'accent sera mis sur la prise en compte de mesures aberrante et l'utilisation de techniques robustes ([11]) d'estimation.

2 Démarches générales

2.1 Démarche active : détection et suppression des valeurs aberrantes

Ce vocable désigne un ensemble de techniques capables de détecter, localiser les valeurs aberrantes dans une série d'observation. Une fois localisées, celles-ci peuvent être soit supprimées ce qui peut par la suite occasionner quelques difficultés de traitement, soit remplacées par des valeurs dites de substitution obtenues par exemple par interpolation grâce à des mesures saines voisines de celle qui int été supprimées. Dans cette section seront évoqués quelques tests statistiques classiques pour la détection de valeurs aberrantes (Dixon, Grubbs ...) ainsi que quelques techniques de substitution.

2.2 Démarche passive : acceptation et robustesse des traitements de données

A l'encontre de la démarche précédente, on ne cherche pas ici à supprimer les valeurs aberrantes mais à réduire leurs effets indésirables lors de leur utilisation. Ainsi, lorsqu'on utilise des données dont certaines sont aberrantes pour identifier les paramètres d'un système, on peut essayer de construire un algorithme d'estimation qui minimise directement l'influence des données aberrantes. A titre d'exemple bien connu, rappelons le cas de la moyenne robuste en utilisant le filtre médian qui permet d'éliminer l'influence des valeurs aberrantes sans chercher à en chercher explicitement la présence. Deux outils seront rappelés pour atteindre un certain niveau de robustesse dans les traitements : les distributions contaminées et la formulation robuste du calcul de matrice de variance covariance.

3 Réconciliation de données en présence de mesures aberrantes

3.1 Principe de base de la réconciliation de données

La réconciliation de données a pour but de rendre compatibles les mesures effectuées sur un système avec son modèle ce dernier étant supposé exact car établi à partir des lois de conservation de la matière ou de l'énergie. A ce titre, les méthodes de réconciliation se rapprochent parfaitement des méthodes d'estimation d'état. Une conséquence importante de la réconciliation est la détection de valeurs de mesures aberrantes. En effet les valeurs réconciliées peuvent être comparées aux mesures ; les écarts constatés peuvent être analysés, les plus grands d'entre eux pouvant témoigner de la présence de mesures aberrantes. On évoquera dans cette section la formulation la plus simple dans la cadre d'un système à modèle linéaire liant les grandeurs vraies x^*

$$M\,x^* = 0, x^* \quad \in \mathcal{R}^v, \quad M \in \mathcal{R}^{n\times v} \tag{1}$$

dont les mesures sont définies sous la forme additive vis-à-vis de bruits ε liés à l'instrumentation considérés comme des réalisations de variables aléatoires gaussiennes : $x = x^* + \varepsilon$, L'estimé $\hat{x}$ qui maximise le critère quadratique

$$\Phi = \| \, x - x^* \, \|^2 \tag{2}$$

est défini par :

$$\hat{x} = arg \max_{x^*} \Phi \tag{3}$$

Ce résultat sera commenté, mais surtout des idées seront données popur sa généralisation à des situations plus complexes.

3.2 Réconciliation robuste de données

De nombreux développements complètent le principe de base que nous venons de rappeler. Ils sont nés de la nécessité de pouvoir appliquer ce principe à des situations et des données réelles, situations qui ne respectent pas toujours les hypothèses de base précédemment utilisées. C'est ainsi que des extensions ont permis de s'intéresser aux systèmes dynamiques [21], aux systèmes bilinéaires [9] , aux systèmes non linéaires [6], à la présence de paramètres mal connus [3], à l'estimation de la précision des mesures [26], à la réconciliation des données de façon simultanée à l'estimation des paramètres du système [7] à la localisation de défauts de mesure [8], à la conception de réseaux de capteurs pour la surveillance des systèmes [24], [5].
Dans ce paragraphe, le point particulier de la robustesse de la réconciliation vis-à-vis des mesures aberrantes est abordé. Pour introduire cette problématique, rappelons que la réconciliation repose sur la minimisation d'un critère formé à partir des écarts pondérés entre estimés et mesures, les pondérations étant proportionnelles aux variances des erreurs de mesure. La validité et le caractère optimal de cette approche sont éminemment liés à l'hypothèse forte de normalité des erreurs de mesure. Dans la pratique, cette hypothèse peut être mise en défaut en présence de grosses erreurs qui constituent des valeurs aberrantes.
Pour prendre en compte directement la présence des grosses erreurs, une loi de distribution des erreurs plus appropriée est utilisée. La classe des M-estimateurs fournit des estimées robustes vis-à-vis des grosses erreurs. Dans ce qui suit, le critère d'estimation de Cauchy et sa dérivée par rapport à ε_i, encore appelée fonction d'influence, s'explicitent :

$$\Phi = \frac{c^2}{2} \sum_{i=1}^{N} log\left(1 + \left(\frac{\varepsilon_i}{c}\right)^2\right), \qquad \frac{\partial \Phi}{\partial \varepsilon_i} = \frac{\varepsilon_i}{1 + \left(\frac{\varepsilon_i}{c}\right)^2} \tag{4}$$

Notons que dans le cas d'un critère quadratique $\Phi_q = \frac{1}{2}\sum_{i=1}^{N} \varepsilon_i^2$ on obtient $\frac{\partial \Phi_q}{\partial \varepsilon_i} = \varepsilon_i$ La comparaison des fonctions d'influence précédentes montre clairement l'intérêt des M-estimateurs en terme de réduction d'influence des erreur ε_i importantes. Des résultats graphiques visualieront la comparaison des deux types de critère..

3.3 Application et discussion

La figure (2) schématise un réseau de transport de matière dans le domaine de l'industrie chimique, constitué de neuf unités de production et seize voies de connection entre ces unités. La loi de conservation des flux de matière permet d'écrire le système d'équations (5, 6) reliant les flux x_i^* et les teneurs y_i^* en une espèce chimique. Ici, les défauts de mesure concernent les variables x_2

et y_{11}. La table (1) regroupe les valeurs numériques des 16 variables x et y mesurées et estimées selon la méthode des moindres carrés (indice MC) et celle utilisant le critère robuste (indice ML).
La figure (2) visualise de façon plus claire les résultats d'estimation robuste et de localisation d'erreurs de mesure. On a fait apparaître les termes correctifs (T.C.) des mesures en x et y issus des estimations robuste (Cauchy) et par moindres carrés (Quadratique). De toute évidence avec la formulation robuste la réconciliation à porté essentiellement sur les variables x_2 et y_{11} précisément en défaut, les autres variables ayant été très peu corrigées. Par contre avec le critère quadratique la réconciliation des données a corrigé de nombreuses variables : les erreurs sur les mesures de x_2 et y_{11} ont été réparties sur l'ensemble des variables ce qui rend impossible la localisation des erreurs de mesure.

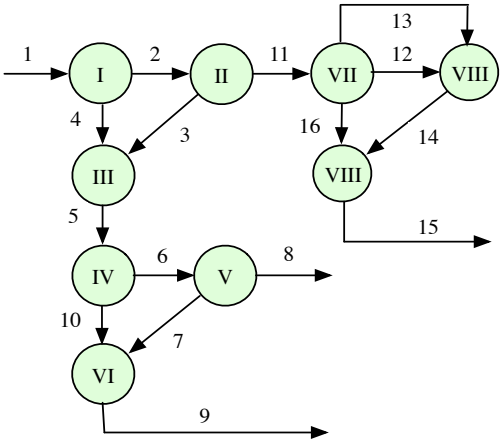


FIGURE 1 – Réseau de transport de matière

$$\begin{cases} x_1^* - x_2^* - x_4^* = 0 \\ x_2^* - x_3^* - x_{11}^* = 0 \\ x_3^* - x_4^* - x_5^* = 0 \\ x_5^* - x_6^* - x_{10}^* = 0 \\ x_6^* - x_8^* - x_7^* = 0 \\ x_7^* + x_{10}^* - x_9^* = 0 \\ x_{11}^* - x_{12}^* - x_{13}^* - x_{16}^* = 0 \\ x_{12}^* + x_{13}^* - x_{14}^* = 0 \\ x_{16}^* + x_{14}^* - x_{15}^* = 0 \end{cases} \quad (5)$$

$$\begin{cases} x_1^* y_1^* - x_2^* y_2^* - x_4^* y_4^* = 0 \\ x_2^* y_2^* - x_3^* y_3^* - x_{11}^* y_{11}^* = 0 \\ x_3^* y_3^* - x_4^* y_4^* - x_5^* y_5^* = 0 \\ x_5^* y_5^* - x_6^* y_6^* - x_{10}^* y_{10}^* = 0 \\ x_6^* y_6^* - x_8^* y_8^* - x_7^* y_7^* = 0 \\ x_7^* y_7^* + x_{10}^* y_{10}^* - x_9^* y_9^* = 0 \\ x_{11}^* y_{11}^* - x_{12}^* y_{12}^* - y_{12}^* x_{13}^* y_{13}^* - x_{16}^* y_{16}^* = 0 \\ x_{12}^* y_{12}^* + x_{13}^* y_{13}^* - x_{14}^* y_{14}^* = 0 \\ x_{16}^* y_{16}^* + x_{14}^* y_{14}^* - x_{15}^* y_{15}^* = 0 \end{cases} \quad (6)$$

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16
x	56.9	84.1	57.6	10.0	48.0	59.6	33.4	25.4	21.6	10.7	10.2	17.1	2.8	19.8	10.6	10.2
$\hat{x}_{ML}$	57.7	67.7	57.7	10.0	47.7	59.0	33.4	25.7	21.9	11.4	10.0	17.2	2.8	19.9	10.0	9.9
$\hat{x}_{MC}$	59.6	77.1	62.6	17.3	45.3	58.2	33.5	24.7	20.6	12.9	14.3	17.9	3.6	21.5	14.3	7.12
y	7.6	7.0	5.9	1.0	6.8	7.0	3.9	10.1	2.9	5.8	17.9	6.8	2.7	6.3	12.5	0.1
$\hat{y}_{ML}$	7.8	6.8	5.8	1.0	6.8	6.7	3.9	10.2	3.0	5.8	12.5	6.8	2.7	6.3	12.5	0.1
$\hat{y}_{MC}$	8.2	6.7	5.1	1.4	6.	6.4	3.9	9.8	2.7	6.0	13.4	9.2	3.2	8.2	13.3	-1.9

TABLE 1 – Flux mesurés et estimés

Références

[1] H. Alighardashi, N.M. Jan, B. Huang. Expectation Maximization Approach for Simultaneous Gross Error Detection and Data Reconciliation Using Gaussian Mixture Distribution. Industrial & Engineering Chemistry Research, 56 (49), 2017.

[2] Algosys inc. 1389, Avenue Galilée. Québec (Québec) Canada G1P 4G, (http ://www.algosys.com).

[3] Arora N. and Biegler L.T. Redescending estimator for data reconciliation and parameter estimation. Computers and Chemical Engineering, 25 (11/12), 2001.

[4] C.L. Brown, R.F. Brcich, A.M. Zoubir. Adaptive M-Estimators For Robust Covariance Estimation. http ://asmda2005.enst-bretagne.fr/IMG/pdf/proceedings/872.pdf.

[5] Caspeo - France. Campus BRGM, Avenue Claude Guillemin, BP 6009, Orléans Cédex 2, France, (http ://www.caspeo.net).

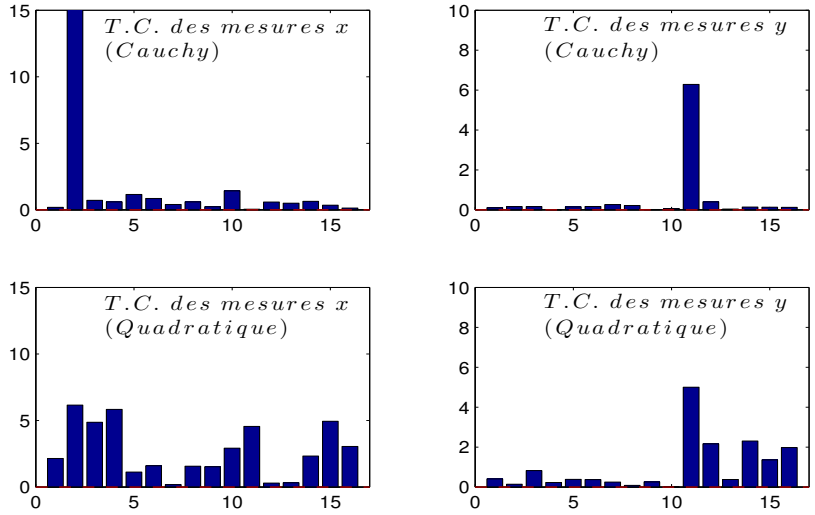


FIGURE 2 – Termes correctifs

[6] O. Cencic, R. Frühwirth. Data reconciliation of nonnormal observations with nonlinear constraints, Journal of Applied Statistics, 2018.

[7] F.Z. Dogru, O. Arslan. Robust mixture regression modeling using the least trimmed squares (LTS)-estimation method. Communications in Statistics - Simulation and Computation, 2017.

[8] M.H. Eghbal Ahmadi. Data reconciliation and gross error detection : Application in chemical processes. Cumhur. Sci. J., 36, 1905-1913, 2015.

[9] S. Fellaou, T. Bounahmidi. Mass Balance Reconciliation for Bilinear Systems : A Case Study of a Raw Mill Separator in a Typical Moroccan Cement Plant. Engineering, Technology & Applied Science Research, 6 (3), 2016.

[10] S. Guo, P. Liu, Z. Li. Data reconciliation for the overall thermal system of a steam turbine power plant. Applied Energy, 165, 2016.

[11] F.R. Hampel. A general qualitative definition of robustness. The Annals of Mathematical Statistics, 42 (6), 1971.

[12] A. Rafiee, F. Behrouzshad. Data reconciliation with application to a natural gas processing plant. J. Nat. Gas Sci. Eng., 31, 2016.

[13] M. Hu, H. Shao. Theory Analysis of Nonlinear Data Reconciliation and Application to a Coking Plant. Ind. Eng. Chem. Res. 2006, 45, 8973 ?8984.

[14] C. Jordache, D. Ternet, S. Brown. Efficient gross error elimination methods for rigorous on-line optimization. Escape 11, Kolding, Denmark, 2001.

[15] T. Korpela, O. Suominen, Y. Majanne, V. Laukkanen, P. Lautala. Robust data reconciliation of combustion variables in multi-fuel fired industrial boilers. Control Engineering Practice, 55, 2016.

[16] C.E. Llanos, M.C. Sanchéz, R.A. Maronna. A robust methodology for the sensor fault detection and classification of systematic observation errors. Computer Aided Chemical Engineering, 40, 1525-1530, 2017.

[17] M.I. Petrovskiy. Outlier Detection Algorithms in Data Mining Systems. Programming and Computer Software, 29 (4), 2003.

[18] V. Planchon. Traitement des valeurs aberrantes : concepts actuels et tendances générales. Biotechnol. Agron. Soc. Environ. 9 (1), 2005.

[19] J. Ragot. Réconciliation de données et détection de données aberrantes. 12ème congrès International Pluridisciplinaire en Qualité, Sûreté de fonctionnement et Développement durable, Bourges, 30 août-1 septembre 2017.

[20] Sigmafine, the platform for data validation and reconciliation. https ://sigmafine.pimsoftinc.com/wp-content/uploads/2017/05/Sigmafine-Overview-SF.pdf

[21] A. Vasebi, E.Poulin, D. Hodouin. Determining a dynamic model for flotation circuits using plant data to implement a Kalman filter for data reconciliation, Minerals Engineering, 83, 2015.

Dispositif *ex vivo* de suivi en temps réel des propriétés mécaniques de peau maintenue en survie par microrhéologie ultrasonore

Vincent Gauthier, Alice Lemarquand, Régis Besse, Emmanuel Caplain, Yohan Le Diraison, Stéphane Serfaty, Jean-Yves Le Huérou

Laboratoire SATIE – Université de Cergy-Pontoise
5 Mail Gay Lussac, 95000 Neuville-Sur-Oise

1. Introduction

La caractérisation des interactions entre l'environnement et la peau est une problématique transdisciplinaire, puisqu'elle touche par exemple, aussi bien aux prothèses intelligentes pour la reconstruction des perceptions haptiques, que le domaine de la santé et du bien-être au travers de la conception en amont de substances topiques. En effet pour ces derniers, notamment pour les cosmétiques, il est assez ardu d'évaluer l'efficacité et la sensorialité des produits en amont de la conception : il est nécessaire de développer une formulation prototype avant de pouvoir effectuer des tests *in vivo* sur panels humains. Par ailleurs, de par la réglementation REACH, ces tests ne peuvent être entrepris qu'une fois l'innocuité du produit prouvée. Ceci entrave le développement de formules innovantes faisant intervenir des nouveaux ingrédients et limite l'optimisation des propriétés sensorielles. La mise en œuvre de moyens de mesure alternatifs aux tests *in vivo* (sur panel humain et sur animaux), mais aussi *in vitro* (qui manquent de précision vis-à-vis des applications pratiques) pourrait être une réponse à ces problématiques d'optimisation.

Le développement d'un biocapteur *ex vivo* faisant intervenir une technique de microrhéologie ultrasonore est une solution. Elle consiste à instrumenter un explant de peau maintenu en survie par un quartz à ondes de cisaillement (Thickness Shear Mode Quartz), afin de remonter aux propriétés viscoélastiques de la peau. Par extension elle l'étude des interactions entre la peau et son environnement.

2. La peau, un matériau viscoélastique complexe

Bien que la peau soit un tissu organique dont la structure diffuse explique la complexité de ses propriétés, il est possible dans une première approximation, de la considérer comme un matériau viscoélastique multicouches. En effet, d'après [1], [2], trois couches sont discernables de par leurs propriétés, leurs compositions, et leur position. De la plus profonde à la couche superficielle, sans compter l'hypoderme se trouvent : le derme qui est la charpente de la peau, faite de fibres élastiques plongées dans un gel appelé « substance fondamentale » ; l'épiderme qui est constitué de cellules kératinisées fortement liées les unes aux autres et qui se renouvellent constamment ; et la couche cornée (ou *stratum corneum*) qui est la zone terminale des kératinocytes. Ceux-ci s'y anucléent, s'y aplatissent, et s'y empilent en étant liés les uns aux autres par un ciment lipidique extracellulaire.

Ainsi lorsqu'il s'agit d'étudier les propriétés mécaniques de la peau, il semble cohérent de considérer cette dernière comme étant viscoélastique [3], la derme étant une couche au comportement plutôt visqueux tandis que l'épiderme se rapproche plus d'un solide élastique [4].

3. Caractérisation des propriétés viscoélastiques par microrhéologie ultrasonore

L'approche par microrhéologie ultrasonore permet de suivre en temps réel les modules élastique et visqueux, respectivement notés G' et G'', d'un fluide complexe en cisaillement à partir d'une mesure d'impédance d'un quartz TSM en réflexion autour de ses résonances mécaniques dont le fondamental f_0 se trouve autour de 5MHz [5]. La caractérisation se fait à une échelle de la dizaine de micromètres. Elle a été notamment mise en œuvre pour suivre l'acidification d'un yaourt [6] ou la fibrillation de la protéine tau, observables chez les patients atteints de la maladie d'Alzheimer [7].

La chaîne expérimentale (Cf. Figure 1) utilisée pour le suivi des propriétés mécaniques met en œuvre un PC pilotant un analyseur de réseau qui permet de mesurer l'impédance en réflexion du quartz. L'explant est maintenu en survie au sein d'une cellule de mesure dédiée (Cf. Figure 2) à l'aide

d'un système d'apport en fluide de survie fait de deux pompes péristaltiques (une pour l'admission, l'autre pour l'évacuation par trop-plein du fluide). Le tout est maintenu dans un incubateur à une température de 37°C et un apport en CO_2 de 5%.

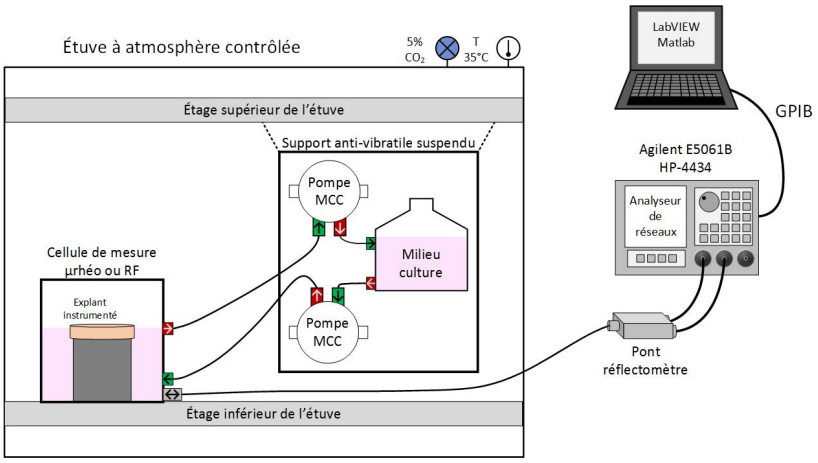


Figure 1. Banc de mesure pour l'étude microrhéologique d'explants de peau maintenus en survie

Figure 2. Cellule de mesure dédiée à l'étude microrhéologique d'explants de peau maintenus en survie

4. Résultats préliminaires

Des premières expériences sur explants de peau congelés ont été menées pour valider le dispositif expérimental et le système d'apport en fluide de survie. Le suivi pendant sept jours de G' et G'' sur deux explants, issus d'une même plastie et mesurés en parallèle, a permis de mettre en évidence que la déshydratation des explants se traduit par une augmentation des modules élastiques et visqueux pour les multiples de f_0 de rang élevés. Par ailleurs des expériences sur explants maintenus en survie permettent de remonter aux changements structuraux survenant lors de l'application de crèmes cosmétiques. Enfin, ces mêmes expériences montrent que la dégradation du maintien en survie est détectable par la mesure de G' et de G''.

5. Références

[1] A. Mélissopoulos and C. Levacher, *La peau, Structure et physiologie*, 2nd ed. 2012.

[2] B. Dréno, "Anatomie et physiologie de la peau et de ses annexes," *Ann. Dermatol. Venereol.*, vol. 136, no. SUPPL. 10, pp. S247–S251, 2009.

[3] C. Edwards and R. Marks, "Evaluation of biomechanical properties of human skin," *Clin. Dermatol.*, vol. 13, pp. 375–380, 1995.

[4] B. Holt, A. Tripathi, and J. Morgan, "Viscoelastic response of human skin to low magnitude physiologically relevant shear," *J. Biomech.*, vol. 41, no. 12, pp. 2689–2695, Aug. 2008.

[5] C. Ould Ehssein *et al.*, "Kinetic study of silica gels by a new rheological ultrasonic investigation," *Ultrasonics*, vol. 44, pp. e881–e885, Dec. 2006.

[6] C. Ould-Ehssein *et al.*, "Ultrasonic monitoring of yoghurt formation by using AT-cut quartz: lighting of casein micelles interactions process during the acidification.," *Ultrasonics*, vol. 44 Suppl 1, pp. e875-9, Dec. 2006.

[7] P. Didier *et al.*, "Rheological monitoring of tau protein polymerisation with acoustic waves sensor," *Electron. Lett.*, vol. 53, no. 5, pp. 298–300, Mar. 2017.

Vers un étalon quantique pour des mesures de pression absolue de 200 Pa à 20 kPa basé sur une cavité hyperfréquence supraconductrice

P. Gambette [(1)], R. M. Gavioso [(2)], D. Madonna Ripa [(2)], M. D. Plimmer [(1)] et L. Pitre [(1)]

(1) LCM-LNE Cnam, 61 rue du Landy, F93210 La Plaine-St Denis, France
(2) Istituto Nazionale di Ricerca Metrologica (INRiM), Strada delle Cacce 91, 10135 Torino, Italy
(Auteur correspondant : laurent.pitre@cnam.fr)

1. Introduction :

La mesure de pression de grande exactitude est essentielle dans de nombreux domaines de la science et de l'industrie comme, par exemple, la détermination de la constante de Boltzmann [1], la régulation des salles blanches, l'étalonnage des altimètres et des jauges de vitesse de l'air, et pour assurer la sûreté des centrales nucléaires. Il existe actuellement une forte demande d'étalons de pression pour remplacer les manomètres à colonne de mercure dont l'utilisation est proscrite pour des raisons environnementales. L'exactitude nécessite que les mesures soient traçables à un étalon primaire, par exemple une balance à piston [2]. En thermométrie à gaz à indice de réfraction [3], en mesurant l'indice de réfraction n à une pression connue p, on peut en déduire la température T. Ici, nous mesurons n et T pour déterminer p. La fonction $n(p,T)$ est exprimée par l'équation du viriel dont les coefficients sont déterminés soit expérimentalement, soit, dans le cas de l'hélium-4, par calcul *ab initio* [4]. La valeur de n est mesurée par le décalage de la fréquence de résonance du résonateur rempli de gaz comparé à sa valeur lorsqu'il est tiré au vide. La résolution en fréquence varie avec l'inverse du facteur de qualité Q du résonateur, lui-même déterminé par la rugosité et conductivité électrique de surface intérieure. Les résonateurs en cuivre massif utilisés jusqu'ici donnent $Q \approx 2\times10^4$. L'utilisation d'une surface interne supraconductrice devant permettre d'augmenter ce facteur de deux ordres de grandeur. L'exactitude de l'appareil doit dépasser celle des meilleurs étalons dans la plage de 200 Pa à 20 kPa.

2. Premiers résultats expérimentaux :

Afin de valider le principe de la mesure, une cavité micro-onde en cuivre muni d'un revêtement supraconducteur en niobium a été réalisé. L'ensemble a été placé dans un cryostat régulé en température. Les premières mesures ont porté sur le comportement de la cavité micro-onde autour de 9,2 K. Cette température correspond à la température de transition supraconductrice du niobium (*cf.* Figure 1). Un facteur de qualité de $Q \approx 1{,}4\times10^6$ a ainsi été mesuré à une fréquence de 5 GHz et une température de 5.1 K.

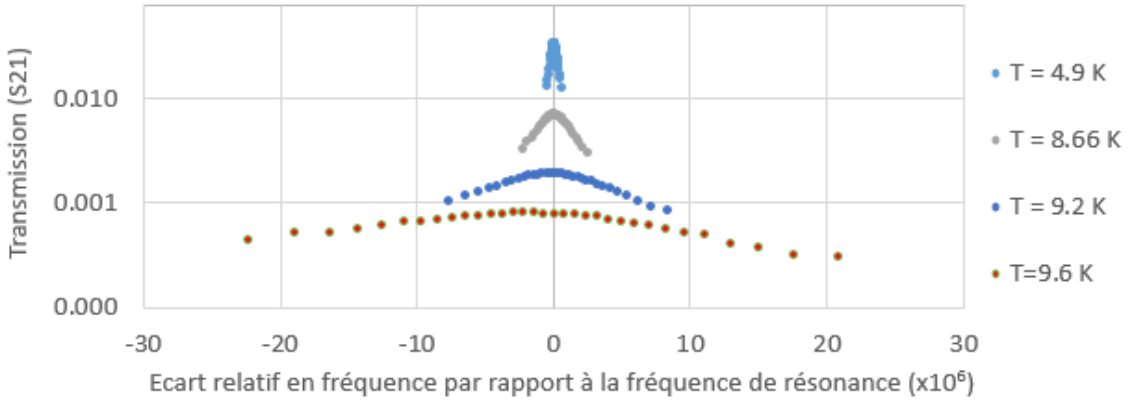


Figure 1. Effet de la supraconductivité sur la fréquence de résonnance. S21 est le rapport de puissance transmise/puissance injectée mesurée par un analyseur de réseau.

La mesure d'une pression absolue s'effectue par mesure la variation de la fréquence de résonnance de la cavité micro-onde supraconductrice par rapport à celle du vide. Lors des essais, la sensibilité du système a été évaluée en appliquant une variation de pression de 20 Pa. Le décalage de fréquence de résonnance correspondante était de 2,5 kHz (Cf. Figure 2). La résolution en pression est de l'ordre de 3 mPa.

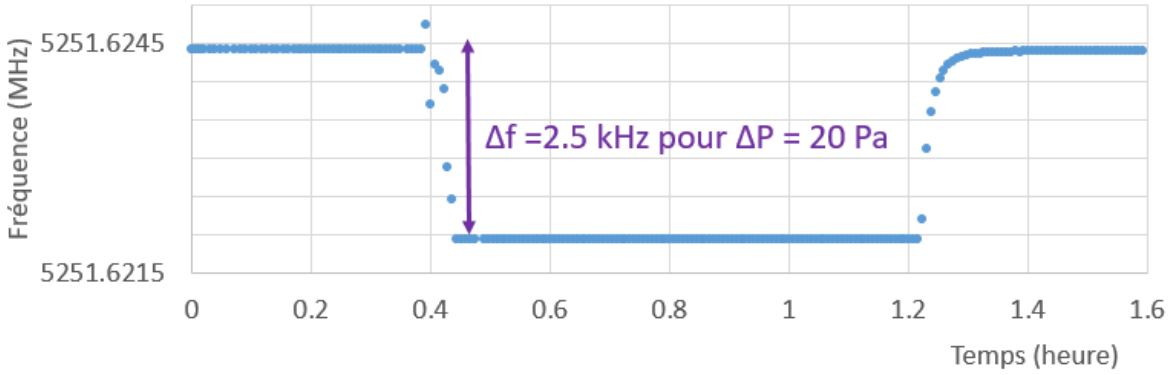


Figure 2. Variation de la fréquence de résonnance pour une variation de pression de 20 Pa

3. Interprétation des résultats et perspective

La cavité micro-onde supraconductrice présente les performances souhaitées et sa résolution en pression (3 mPa) est compatible avec les incertitudes attendues. Le principe de la mesure a été vérifiée. Les prochains essais permettront de poursuivre la caractérisation en pression de l'appareil.

4. Conclusion

Nous avons présenté un nouvel étalon de pression basé sur la mesure de la fréquence de résonnance d'une cavité micro-onde supraconductrice. La pression est déduite de la mesure de l'indice de réfraction et de la température par calcul *ab initio* des coefficients du viriel du diélectrique. L'instrument doit améliorer significativement l'exactitude de la mesure de pression de l'hélium-4 gazeux entre 200 Pa et 20 kPa. Les derniers résultats seront présentés lors du colloque.

5. Remerciements (Pas très usuelle dans un résumé : il y a un livre des comptes-rendus)

Nous tenons à remercier A. Vergé pour son assistance technique ainsi que F. Sparasci, L. Risgari, F. Boineau, P. Otal et B. Gao pour leurs conseils.

6. Références

1. L. PITRE *et al.*, "New measurement of the Boltzmann constant k by acoustic thermometry of helium-4 gas" Metrologia Vol. **54**, pp. 856-873 (2017).
2. P. OTAL and J.C. LEGRAS, "Metrological characterization of a new standard, in absolute and gauge pressure modes, in the range 1 Pa to 15 000 Pa" Metrologia Vol. **42**, pp. S216-S219 (2005).
3. B. GAO *et al.*, "Feasibility of primary thermometry using refractive index measurements at a single pressure" Measurement, Vol. **103** pp. 258-262 (2017).
4. G. ŁACH, B. JEZIORSKI and K. SZALEWICZ, "Radiative corrections to the polarizability of helium" Phys. Rev. Lett. Vol. **92**, p. 233001 (2004).

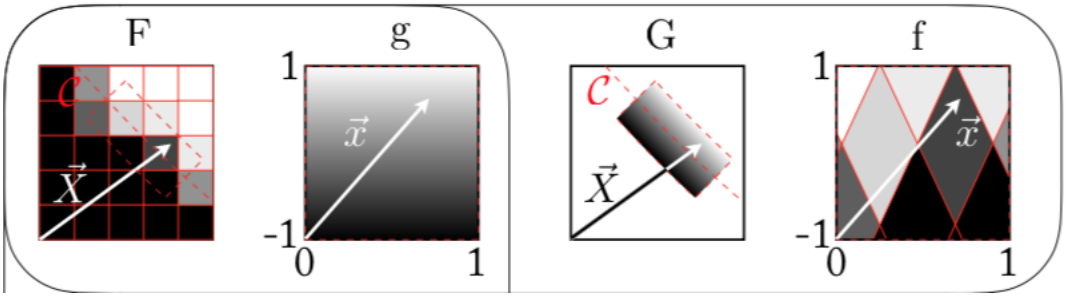
Mesure sub-pixel des contours par méthode VIC

Marc François (1), Maxime Baconnais (2), Julien Réthoré (3)

(1,2) Laboratoire GeM, Université de Nantes, 2 rue de la Houssinière , BP 92208, 44322 NANTES Cedex 3
(3) Laboratoire GeM, École Centrale de Nante, 1 Rue de la Noë, 44300 Nantes

1. Mesures optiques et photographie numérique

Les mesures optiques ont l'immense avantage d'être sans contact. Parmi elles, les mesures utilisant la photographie numérique sont en plein développement ces dernières années, de par leur faible coût et leur simplicité de mise en œuvre. La méthode DIC [1] connait un succès immense dans la mesure des déformations. La méthode VIC [2,3] utilisée ici permet la mesure de contours et fournit une précision sub-pixel. Elle pourrait être directement applicable au contrôle des pièces en industrie.



2. La méthode VIC

Figure 1. Principe de la méthode VIC

La *Virtual Image Correlation* consiste à maximiser la corrélation entre une image F contenant un contour d'intérêt (le bord d'une pièce, par exemple) et une image virtuelle g consistant, dans son repère propre **x,** en un simple dégradé de gris. L'image virtuelle est (intensément) déformée afin d'épouser au mieux le contour dans l'image réelle, par une carte *(mapping)* défini par :

$$\boldsymbol{X}(x_1, x_2, \lambda_p) = \boldsymbol{X}^c(x_1, \lambda_p) + Rx_2\, \boldsymbol{e}_r(x_1, \lambda_p)$$

où $\boldsymbol{X}^c$ est le point courant d'une courbe *C* de paramètre d'abscisse curviligne x_1 et de paramètres de forme λ_i . Ces paramètres λ_i constituent la mesure fournie par la VIC, c'est à dire l'équation de la courbe épousant au mieux le bord d'intérêt. Dans le repère de l'image F, Rx_2 correspond à la distance à la courbe. Dans le repère de l'image virtuelle g, (x_1 x_2) varient sur ([0 1],[-1 1]). La corrélation peut se comprendre dans le repère de l'image physique (entre F et G) ou dans le repère de l'image virtuelle (entre f et g). Dans ce dernier repère la surface de l'image est constante (et vaut 2) donc permet de poser une fonction de corrélation simple sous la forme :

$$\psi = \frac{\iint (f(\boldsymbol{x}) - g(\boldsymbol{x}))^2 d\boldsymbol{x}}{\iint d\boldsymbol{x}}$$

Cette fonction est minimisée par rapport aux paramètres de forme λ_i . De manière assez similaire à la DIC, on a à résoudre un système matriciel *nxn* dans lequel *n* est le nombre de paramètres :

$$\frac{\partial^2 \psi}{\partial \lambda_p \partial \lambda_q} \Delta\lambda_q = -\frac{\partial \psi}{\partial \lambda_p}$$

$$\frac{\partial \psi}{\partial \lambda_p} = \int_{-1}^{1}\int_{0}^{1} \left(\frac{\partial F}{\partial \boldsymbol{X}} \cdot \frac{\partial \boldsymbol{X}}{\partial \lambda_p}\right)(f-g) dx_1 dx_2$$

$$\frac{\partial^2 \psi}{\partial \lambda_p \partial \lambda_q} \simeq \int_{-1}^{1}\int_{0}^{1} \left(\frac{\partial F}{\partial \boldsymbol{X}} \cdot \frac{\partial \boldsymbol{X}}{\partial \lambda_p}\right)\left(\frac{\partial F}{\partial \boldsymbol{X}} \cdot \frac{\partial \boldsymbol{X}}{\partial \lambda_q}\right) dx_1 dx_2$$

Dans cette expression interviennent le gradient de l'image physique et les dérivées analytiques ou numériques de la courbe. Les calculs se font sur une grille sub-pixel, issue de la discrétisation du repère *x* de l'image virtuelle. Les niveaux de gris de l'image physique sont alors interpolés linéairement sur cette grille. On montre analytiquement que le bord d'un objet est retrouvé de manière exacte (non entière, c. a d. sub-pixel) en considérant des pixels idéaux, de sensibilité linéaire et homogène.

3. Le choix de la courbe paramétrée et la qualité de la mesure

La méthode ne peut identifier un contour que si la courbe paramétrée le permet. Par exemple si l'on cherche à mesurer un contour rond avec l'équation d'un carré la méthode renvoie le cercle passant « au mieux » par ce carré mais ne l'épousant pas. L'image f (Figure 1, à droite) correspond à l'image physique dépliée dans le repère de l'image virtuelle. Dans un cas comme celui-là cette carte sera très éloignée de l'image virtuelle f en laissant apparaître des zones de non corrélation uniformément noire ou blanche. Il est possible de représenter la valeur de l'erreur-ligne, correspondant à l'intégrale de Ψ sur la seule variable x_2. Dans un but de métrologie l'idée est de décrire le contour avec une courbe incluant les défauts de mesure attendus, par exemple en reprenant la norme utilisée pour cette mesure.

4. Exemple : mesure de la circularité d'une pièce

L'exemple retenu est la mesure du défaut de circularité d'un écrou de douche en cuivre (Figure

$$\begin{aligned} X^c &= \lambda_1 + \lambda_4 \cos(2\pi x_1)\cos(\lambda_3/P) - \lambda_5 \sin(2\pi x_1)\sin(\lambda_3/P) \\ Y^c &= \lambda_2 + \lambda_4 \cos(2\pi x_1)\sin(\lambda_3/P) + \lambda_5 \sin(2\pi x_1)\cos(\lambda_3/P) \end{aligned}$$

2). Le descripteur utilisé est celui d'une ellipse :

Les paramètres d'intérêt sont ici la valeur des grands axes λ_4 et λ_5 ainsi que l'angle λ_3 . La photographie a été prise avec un appareil Kodak du commerce et un télécentrique x1. La pièce a été au préalable noircie au noir de fumée qui permet d'éliminer tout reflet. La figure 2 montre le montage et les résultats de mesure d'excentricité qui correspondent à 2 pixels. Cette valeur est ensuite comparée avec succès aux résultats de meure obtenus avec un pied à coulisse numérique Mitutoyo.

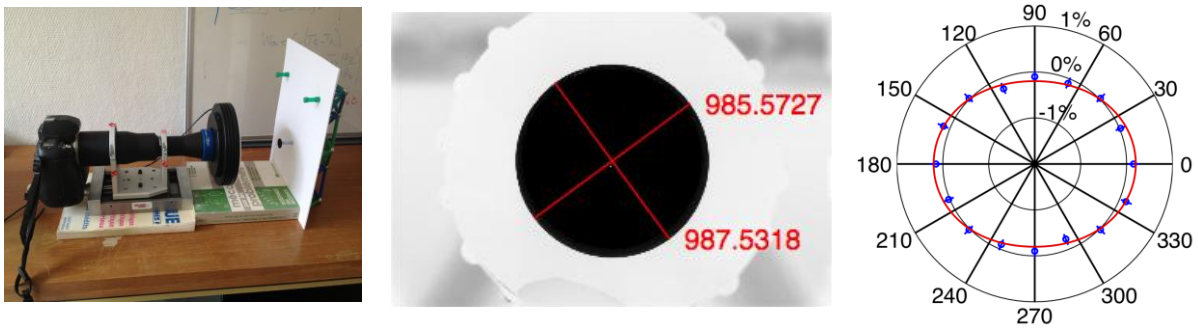


Figure 2. Mesure de l'ellipticité d'une pièce de plomberie. À droite comparaison avec les mesures réalisées avec un pied à coulisse numérique.

5. Conclusions

La méthode VIC permet une mesure de forme, dans l'état actuel pour les contours plans, et donne une indication directe de la métrologie obtenue. La mesure est de précision sub-pixel. Elle pourrait remplacer dans certains cas les méthodes de mesure par palpeur.

6. Références

1. F. HILD, S. ROUX, « Digital image correlation: from displacement measurement to identification of elastic properties - a review », Strain, Vol. 42, N° 2, pp. 69-80 (2006)
2. B. SEMIN, H. AURADOU, M. FRANÇOIS, « Accurate measurement of curvilinear shapes by Virtual Image Correlation », Euro Physical Journal, Vol. 56, N°10701, pp 1-10 (2004)
3. J. RÉTHORÉ, M. FRANÇOIS « Curve and boundaries measurement using B-splines and virtual images », Optics and lasers in engineering, Vol. 52, pp 145-155 (2011)

Identification du canal de propagation radiomobile.

Jean-Pierre Barbot[(1)], Manh Dat Nguyen[(1)]

[(1)]Laboratoire SATIE, UMR8029 CNRS/ENS Paris-Saclay, 94235 Cachan.

1 Introduction

Dans un système de transmission numérique de l'information, l'élément limitant est le canal de propagation. Dans le cas de systèmes sans fil, les informations sont véhiculées par des ondes électromagnétiques émises en bande UHF (300 MHz - 3 GHz). Dans cette bande de fréquences, le canal se caractérise par une propagation multi-trajets, c'est à dire qu'en plus d'un possible trajet en visibilité, il existe de nombreux autres trajets véhiculant la même information. Le récepteur percevant ces multiples échos, il en résulte deux manifestations : la variabilité spatiale de la puissance reçue (évanouissements rapides, effets de masques) et la sélectivité fréquentielle du canal. Ces deux effets, déterminants quand à la qualité du système de transmission, doivent être mesurés.

Dans le cas de la bande UHF, les ondes électromagnétiques se propageant entre émetteur et récepteur subissent des atténuations, des diffractions, des réflexions et dans le cas d'obstacles mobiles, des effets Doppler. Ces effets étant linéaires, le canal peut en conséquence être modélisé comme étant un système linéaire. De plus, moyennant l'hypothèse d'une rapidité de mesure suffisante vis à vis de la vitesse de déplacement du mobile, le canal pourra être supposé linéaire et invariant. Un système linéaire et invariant étant entièrement caractérisé par la mesure de sa réponse impulsionnelle, l'instrument de mesure devra permettre d'effectuer rapidement cette mesure. Dans le cas du canal de propagation radiomobile, cet instrument s'appelle un « sondeur de canal » et fonctionne à l'instar d'un radar bi-statique [Bar95].

La contribution finale sera organisée de la manière suivante : la première partie présentera le principe d'identification du canal de propagation radiomobile. La deuxième deuxième partie présentera l'architecture du sondeur que nous réalisons, en décrivant en particulier le signal émis et sa forme d'impulsion. La troisième partie présentera les réponses impulsionnelles obtenues. La dernière partie conclura par une discussion relative aux résultats obtenus et établira des perspectives.

2 Modélisation du canal radiomobile et identification

Suivant l'hypothèse qu'un canal de propagation radiomobile peut être modélisé sous forme d'un système linéaire et invariant (figure 1), la relation entre la sortie $y(t)$ et l'entrée $x(t)$ de ce canal peut s'écrire classiquement sous forme d'un produit de convolution :

$$\begin{aligned} y(t) &= h(t) \otimes x(t) + b(t) \\ &= \int_{-\infty}^{+\infty} h(\tau)\, x(t-\tau) + b(t) \end{aligned} \tag{1}$$

avec $h(t)$ la réponse impulsionnelle complexe du canal, $b(t)$ un bruit additif que nous supposerons blanc et Gaussien (BABG) et $\otimes$ le produit de convolution.

En réécrivant l'expression figurant équation (1), et en supposant le bruit nul, il vient deux expressions supplémentaires :

$$Y(f) = H(f)\, X(f) \tag{2}$$

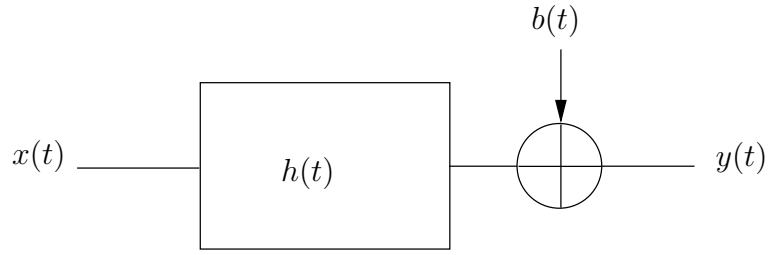


FIGURE 1 – Modélisation du canal de propagation UHF

avec $Y(f)$, $X(f)$ respectivement les transformées de Fourier de $y(t)$, $x(t)$ et $H(f)$ la fonction de transfert du canal.

$$\varphi_{yx}(t) = h(t) \otimes \varphi_{xx}(t) + \varphi_{bx}(t) \tag{3}$$

avec $\varphi_{yx}(t)$ la corrélation du signal mesuré $y(t)$ par le signal émis $x(t)$, $\varphi_{xx}(t)$ $\varphi_{bb}(t)$ désignant respectivement l'autocorrélation de $x(t)$ et de $b(t)$.

Il convient donc maintenant de choisir la meilleure stratégie de mesure compte tenu des contrainte du système étudier.

3 DPSM appliquée à la mécanique des fluides

S'agissant d'un système linéaire supposé invariant, il convient de choisir un signal d'entrée permettant une identification simplifiée de $h(t)$. Dans le cas du sondeur de canal que nous développons, et à l'instar de beaucoup de système de télécommunication, c'est l'équation (3) qui sera mise en œuvre avec pour signal d'entrée un signal tel que $\varphi_{xx}(t) = A^2\delta(t)$ où $\delta(t)$ désigne l'impulsion de Dirac, élément neutre du produit de convolution. Un bruit blanc peut sembler dans ce cas être un bon candidat, signal pour lequel nous aurions dans l'équation (3) $\varphi_{yx}(t) = A^2 h(t) + \varphi_{bx}(t)$.

Toutefois, comme $\varphi_{xx}(t) = \lim_{T\to+\infty} \frac{1}{T} \int_{-T/2}^{+T/2} x^*(t+\tau)\, x(\tau)\, d\tau$ nécessite un temps de mesure infini, et du fait de la contrainte de rapidité de mesure, le signal retenu est un code pseudo-aléatoire à longueur maximal qui, entre autre propriété, est périodique et pour lequel $\varphi_{xx}(t) \approx A^2\delta(t)$.

Il en résulte les schémas structurels de l'émetteur et du récepteur, voir respectivement figure (2) et figure (3).

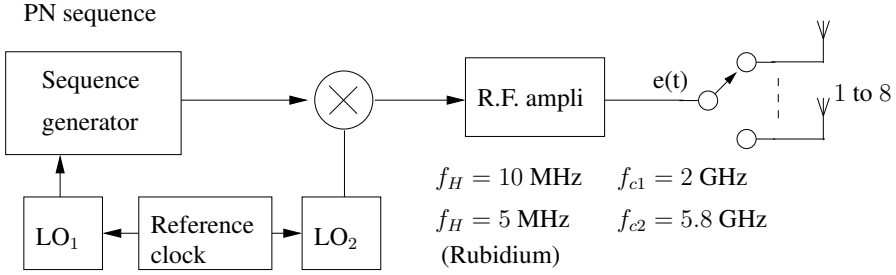


FIGURE 2 – Sondeur de canal (partie émission)

Classique dans son architecture [LRBM90], ce sondeur de canal présente l'originalité d'émettre un code pseudo-aléatoire à longueur maximale dont la forme d'impul-

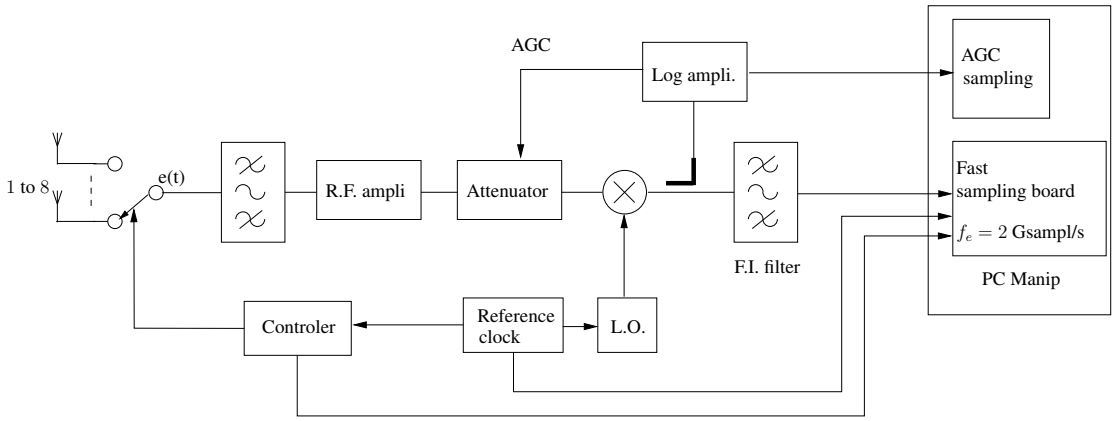


FIGURE 3 – Partie réception du sondeur de canal

sion est de type « 1/2-Nyquist ». L'identification obtenue par l'équation (3), effectuée avec ce même code pseudo-aléatoire de forme d'impulsion « 1/2-Nyquist », met en œuvre un filtre adapté et permet de se conformer aux recommandations de l'ITU-R [Int17].

Références

[Bar95] Jean-Pierre Barbot. *Propagation radioelectrique avec les mobiles pour les communications personnelles à l'interieur des batimens dans la bande 1-3 GHz*. PhD thesis, june 1995.

[Int17] International Telecommunication Union. *Recommendation ITU-R P.1407-6 : Multipath propagation and parametrization of its characteristics*, june 2017.

[LRBM90] A.J. Levy, J.-P. Rossi, J.-P. Barbot, and J. Martin. An improved channel sounding technique applied to wideband mobile 900 MHz propagation measurements. In *Vehicular Technology Conference, 1990 IEEE 40th*, pages 513–519, may 1990.

Pascal LE ROUX,
ingénieur AM, professeur agrégé, enseignant ARTS ET METIERS ParisTech campus de Bordeaux
Esplanade des Arts et Métiers 33405 TALENCE cedex
Bernard LARQUIER,
directeur BEA Métrologie, Président du Pôle Aquitain de Métrologie
BEA Métrologie 10 av Jacqueline Auriol, 33700 MERIGNAC

Instrumentation et métrologie

1. Introduction :

L'Industrie du futur 4.0, par sa volonté d'intégration numérique, augmente de manière extraordinaire la demande en moyens de mesure de toute sorte pour toute application, dans toutes les grandeurs physico-chimiques. L'instrumentation est au cœur de cette industrie en développement rapide. En parallèle, l'exigence industrielle dans la maitrise des processus mesures à fortement évoluer et à donner lieu à des avancées scientifiques importantes et un référentiel normatif important.

2. Instrument de mesure, capteur et chaine de mesure et étalonnage

Après avoir repris quelques notions relatives aux Instrument de mesure, capteur, chaine de mesure, nous aborderons une étape obligée qui pose dans certains cas problème : l'étalonnage des capteurs et les processus d'étalonnage. Il est important de relever leurs limites propres aux approches analytiques et synthétiques.
Ces limites sont révélatrices des travaux à venir dans la prise en compte des interactions entre les facteurs influençant les mesures et des lacunes dans de nombreuses grandeurs en matière de références nationales et internationales.Malgré cela nombre d'industriels, laboratoires d'analyse ou de caractérisation accepte de rendre leurs résultats de mesure en fournissant uniquement les certificats d'étalonnage associés aux chaines de mesure et encore plus souvent seulement aux capteurs intégrés dans ces chaines.Il est important de noter que dans le cas de grandeurs physico-chimiques « orphelines », à savoir, sans possibilité de référence (étalon) fiable, la solution mise en place à ce jour est l'inter-comparaison entre moyens, laboratoires, celles-ci donnant des résultats à exploiter avec précaution.
Mais la maitrise de la mesure ne peut se limiter à des chaines de mesure et/ou des capteurs étalonnés. Il est apparu progressivement le besoin de quantifier l'écart probable de la mesure par rapport à la vraie valeur (inatteignable) : l'Incertitude de mesure. Nous verrons que cette information, une fois quantifiée, permet de traiter un grand nombre de litiges industriels ainsi que de problème de modélisation.

3. Processus de mesure et Incertitudes de mesure

La mesure n'est pas issue uniquement d'un instrument, capteur ou chaine de mesure, mais d'un ensemble de facteurs autres : facteurs extérieurs, opérateurs, etc. L'Incertitude de mesure doit prendre en compte les influences de tous les facteurs affectés à la mesure.

La quantification de ces Incertitudes de mesure à donner lieu à de nombreuses publications mais également à de nombreuses normes. Les plus répandues étant la norme NF EN ISO 14253 et le guide pour l'expression des Incertitudes de mesure (GUM). Depuis leur première publication, de nombreuses évolutions sont apparues afin d'affiner cette approche analytique et ses limites associées. Parmi les travaux complémentaires il semble intéressant de mettre le doigt sur le problème de la modélisation des Interactions entre facteurs d'influence, la

maîtrise de la répétabilité et de la reproductibilité des mesures et enfin d'approches différentes telles que la méthode Monté Carlo (norme FD X07-023) ou les plans d'expérience ou les inter-comparaisons entre moyens.

4. L' exploitation de l'Incertitude de mesure

Dans le cas de l'objectif industriel, garantir la conformité aux exigences spécifiées, la quantification de l'Incertitude de mesure permet de déduire de la mesure et de l'exigence, 2 conséquences :

- L'affirmation de la conformité lorsque la mesure se trouve à l'intérieure de la zone de tolérance en excluant la zone d'incertitude de mesure. Cette garantie de conformité permettant d'enchainer les processus industriel sans risque.
- L'apparition du risque pris lorsque la mesure se trouve dans la zone d'incertitude de mesure autour des valeurs limites associées à l'exigence.

La prise en compte de la notion de risque dans les processus industriels est devenue incontournable. L'Incertitude de mesure étant issue d'outils mathématiques probabilistes, il est donc nécessaire de mettre en évidence le risque associé à tout résultat. Industriellement un terme traduit cette évaluation du risque admissible : la capabilité de mesure (rapport entre tolérance et incertitude de mesure), attention à son usage parfois trop simpliste.
De même dans le cas de résultats d'analyse ou de caractérisation d'une grandeur physico-chimique à partir d'un processus de mesure il est indispensable de prendre en compte le risque à travers l'incertitude de mesure.
L'utilisation de ce terme probabiliste doit permettre de mieux modéliser par la suite les phénomènes observés. Les simulations qui en découleront seront donc elles-mêmes couplées à un terme probabiliste associé à la valeur déterministe issue du modèle. La conséquence qui s'en suit est la prise en compte lors de simulation de 2 termes ; un, déterministe, issu de la modélisation, l'autre, probabiliste, issu de la propagation des Incertitudes de mesure.
La démarche métrologique de l'évaluation des Incertitudes de mesure a une autre conséquence pratique : par l'analyse, la capacité de remettre en cause le processus de mesure et ainsi réduire, si nécessaire l'Incertitude de mesure.
Enfin cette démarche a une dernière conséquence qui ne sera pas développée ici : la mise en place d'un ensemble de procédures liées à la prise mesure, à l'étalonnage et à la quantification des incertitudes de mesure et leurs exploitations. Ces procédures très strictes contraignent beaucoup les pratiques courantes rencontrées en industrie ou en laboratoire.

5. Conclusion provisoire

Il est admis, aujourd'hui, que la maitrise d'une mesure ne peut se limiter à l'étalonnage de capteurs. Les procédures associées à l'évaluation des Incertitudes de mesure doivent se généraliser dans l'industrie et les laboratoires. Celles-ci nécessitant une vigilance constante pour, d'une part avoir une quantification fiable et d'autre part, une maitrise des risques dans les exploitations et décisions qui en découlent.

NB : l'exemple de la mesure du module d'Young en traction tel que pratiqué dans le laboratoire de métallurgie de l'ensam/I2M sera un fil rouge de cette présentation.

Fonction de Transfert de Contraste des algorithmes de dé-bruitage d'images

***Pascal Picart*[(1,2)], *Silvio Montrésor*[(1)]**

(1) LAUM CNRS, Le Mans Université, Avenue Olivier Messiaen, 72085 Le Mans cedex 9
(2) ENSIM, Le Mans Université, Rue Aristote, 72085 Le Mans cedex 9

1. Introduction

L'holographie numérique et les méthodes associées basées sur le speckle sont des techniques très efficaces pour la mesure des champs de déformation de la surface de l'objet et pour la mesure des contours de surface [1,2]. Pour une surface d'objet naturellement rugueuse, l'hologramme numérique code des informations 3D utiles avec un motif de speckle et la propagation numérique retour produit la reconstruction des images d'amplitude et de phase de l'objet concerné [3]. Bien que ce motif de speckle soit très utile pour l'encodage, son inconvénient est que l'image d'amplitude reconstruite souffre d'un bruit de chatoiement. Le bruit de speckle est un bruit très particulier en raison de ses propriétés: bruit multiplicatif et non gaussien. En règle générale, les algorithmes de suppression de bruit sont conçus en supposant un bruit gaussien additif. Ils ne sont donc pas spécifiquement dédiés au bruit de fond. Il s'ensuit qu'une évaluation des algorithmes de débruitage de la littérature est obligatoire pour évaluer leur robustesse et leur efficacité pour faire face au bruit de speckle. Ainsi, cet article examine la comparaison des algorithmes de suppression de bruit appliqués aux images d'amplitude de l'holographie numérique, et on s'intéresse particulièrement à la fonction de transfert de contraste (CTF) qui représente la capacité de l'algorithme à préserver les fréquences spatiales de l'image.

2. Méthodologie

L'étude se concentre sur les images d'amplitude des hologrammes simulés numériquement de la cible SIEMENS. Le principe de la simulation est décrit amplement dans [4]. Pour évaluer les évaluations, une base de données est constituée d'images extraites de 100 hologrammes calculées. Ensuite, en utilisant 20 images d'amplitude le jeu, 20 autres images sont calculées afin d'obtenir des images avec un rapport signal / bruit (SNR) croissant. Afin d'étudier l'influence des algorithmes de suppression de bruit sur la CTF, une sélection de ROI (régions d'intérêt) sont sélectionnées sur la cible SIEMENS. Chaque ROI correspond à un signal carré spécifique à une résolution spatiale donnée. Pour les évaluations, 34 algorithmes de débruitage ont été choisis compte tenu de leur efficacité dans le traitement des images et dans l'holographie numérique. Nous avons choisi des méthodes avancées comme l'algorithme basé sur les transformées d'ondelettes stationnaires avec Daubechies, les ondelettes de symlets, les curvelets, les contourlets, l'algorithme BM3D (concordance 3D) et les algorithmes NL-means (non locaux); En outre, nous considérons des méthodes classiques telles que le filtrage de Wiener, la médiane et le Gauss, le filtrage anisotrope et le filtre Frost, largement utilisé en imagerie SAR (radar à synthèse d'ouverture). À partir des ROI, un traitement robuste est appliqué pour évaluer le CTF. Ensuite, nous fournissons les CTF des algorithmes parmi une sélection de tous les résultats obtenus.

3. Illustrations

La figure 1 montre les images obtenues par la simulation ou on peut observer l'image de référence constituée par la mire SIEMENS, l'image obtenue avec une seule réalisation de speckle, puis deux images obtenues respectivement avec 9 et 20 moyennes d'images primaires. Sur la base d'images, le rapport signal-bruit varie de 0,6dB à 3,6dB.

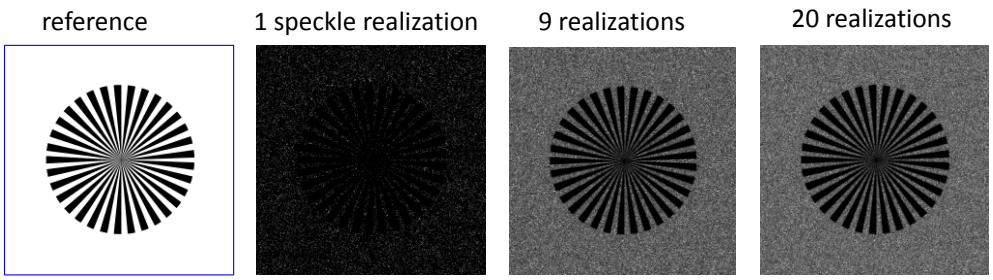


Figure 1. Exemples d'images simulées avec la référence, une réalisation de speckle, puis une moyenne avec 9 et 20 réalisations

4. Résultats

La figure 2 illustre les résultats obtenus lorsque les algorithmes de dé-bruitage ont été appliqués aux images simulées. Sur la première ligne, on observe les images obtenues à partir d'une seule réalisation de speckle pour les algorithmes BM3D, Contourlets, Daub8, et Median9x9. Sur la seconde ligne, les images obtenues avec les mêmes algorithmes et l'image moyenne avec 20 réalisations.

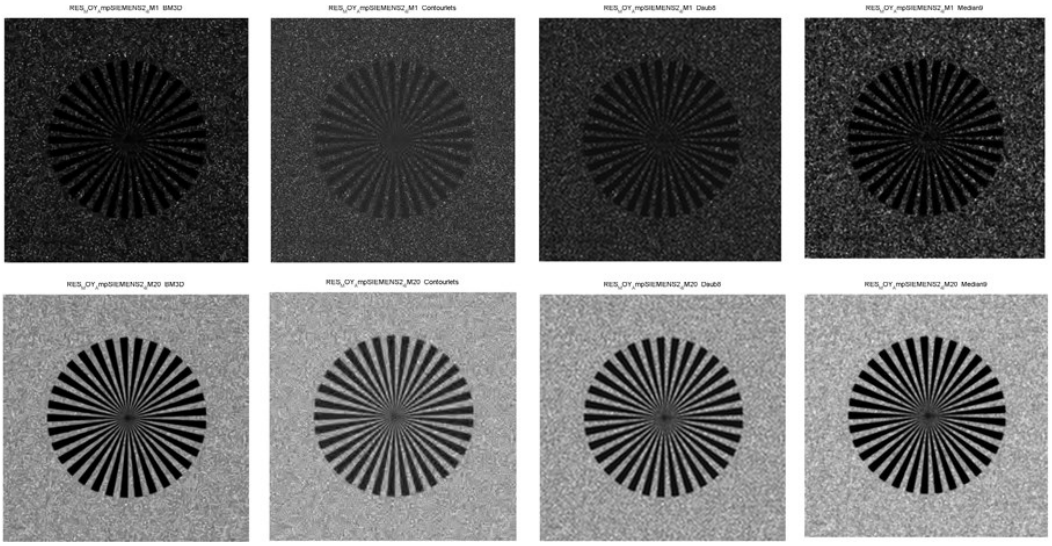


Figure 2. Images obtenues avec les algorithmes BM3D, Contourlets, Daub8, et Median9x9 ; 1ère ligne : avec 1 seule réalisation de speckle ; 2ème ligne : avec 20 réalisations de speckle

A partir du jeu d'images obtenues, on estime la CTF en calculant le contraste du signal carré obtenu sur un cercle dans la mire situé à chaque rayon du centre de la mire.

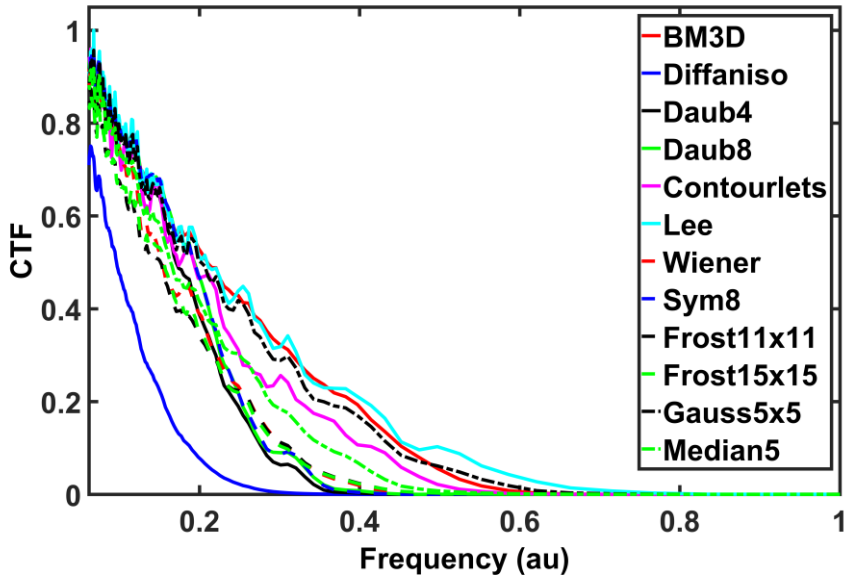


Figure 3. Fonction de Transfert de Contraste obtenue avec la mire SIEMENS pour une sélection de 12 algorithmes parmi les 34 considérés

La figure 3 montre la CTF obtenues. On constate que la diffusion anisotropique est de loin la plus atténuante des fréquences spatiales de l'image, tandis que le filtre de Lee, conçu pour les images SAR, présente la meilleure performance. Le filtre BM3D, reconnu pour être à l'état de l'art du débruitage, présente des résultats très proches de ceux du filtre de Lee.

5. Conclusion

Ce résumé présente les premiers résultats obtenus dans l'évaluation de la Fonction de Transfert de Contraste des algorithmes de dé-bruitage d'images. La base est constituée de 34 algorithmes et un jeu de 100 images de la mire SIEMENS permet d'obtenir une variété de rapports signal-sur-bruit. Les premiers résultats montrent que le filtre de Lee et le filtre BM3D sont les meilleurs pour préserver le contenu de fréquences spatiales d'une image.

6. Références

1. Picart, P., Li, J.C., [Digital holography], ISTE-Wiley, London (2012).
2. Picart, P., Leval, J., Piquet, F., Boileau, J.-P., Guimezanes, Th., Dalmont, J.-P., "Tracking high amplitude auto-oscillations with digital Fresnel holograms", Optics Express 15(13), 8263-8274 (2007).
3. Picart, P., Leval, J., "General theoretical formulation of image formation in digital Fresnel holography", JOSA A 25, 1744-1761 (2008).
4. Montresor, S., Picart, P., "Quantitative appraisal for noise reduction in digital holographic phase imaging", Optics Express 24(13), 14322-14343 (2016).

Caratérisation thermique de pièces complexes 3D en utilisant un bras robotisé 6 axes couplé à une excitation laser pulsé.

M. Romano [1], J. Malvaut [2], T. Bazire [2], A. Sommier [3], V. Delos [3], J.C. Batsale [3] et C. Pradere [3]

1 EPSILON - Groupe ALCEN, Site ENSAM - Esplanade des Arts et Métiers, 33405 Talence Cedex.

2 KUKA Systems Aerospace, 80 Avenue de Magudas, 33185 Le Haillan, France.

3 I2M-TREFLE, UMR CNRS 5295, Esplanade des Arts et Métiers 33405 Talence Cedex, France.

1. Introduction

La thermographie infra rouge active est un outil efficace pour mesurer les propriétés thermiques des matériaux. La méthode flash dans les configurations face arrière [1] et face avant [2] sont classiquement utilisées pour mesurer la diffusivité thermique dans l'épaisseur. L'obtention de cette grandeur dans le plan nécessite la mise en place d'un gradient thermique à la surface du matériau. Pour réaliser ce type d'excitation plusieurs stratégies ont été proposées : un spot Gaussien [3-9], une zone circulaire [10-12], une ligne [13-15] ou une grille [16]. Les mesures peuvent être réalisées dans le domaine temporel (excitation pulsée) ou dans le domaine fréquentiel (excitation modulée).

Plus récemment, afin d'étudier de larges zones en un temps court les techniques de balayage laser ont été développées. L'idée est de chauffer localement la surface du matériau par un spot laser dont on contrôle la position et la puissance, le champ de température est alors enregistré par une caméra thermique. [17,18]. Cette technique a également été adaptée afin de réaliser du contrôle non destructif et principalement de la détection de fissures [19-27].

Lorsqu'un spot laser d'une très courte durée excite la surface d'un échantillon opaque et isotrope les isothermes sont des cercles concentriques dont le rayon s'accroit en fonction du temps. Dans un article précédent [9], les auteurs ont montré que les profils thermiques logarithmique, Ln(T), passant par le centre du spot sont des paraboles. Enfin, l'inverse du coefficient de second ordre de ces paraboles se comporte de manière linéaire en fonction du temps et la pente correspond à la diffusivité thermique. Cette relation linéaire fournit une excellente méthode pour mesurer la diffusivité thermique de manière rapide et précise. Son principal avantage réside dans le faible nombre de pixels nécessaires pour obtenir le coefficient de second ordre des paraboles et donc la diffusivité thermique.

Dans ce travail, nous proposons d'utiliser la technique du balayage laser couplé avec un bras robotisé 6 axes pour la caractérisation thermique d'un matériau composite de forme complexe 3D. Les grandes dimensions de la pièce (400 x 300 mm) obligent à diviser la zone de mesure en 52 régions d'intérêt (ROI) (dimension 50 x 50 mm). Un bras robotique à 6 axes permet de déplacer l'échantillon et de modifier la position des différentes ROI avec une grande précision (moins de 250 µm). Cela permet de placer chaque ROI dans le plan focal de la caméra infrarouge et de s'assurer que la surface du matériau est bien perpendiculaire au faisceau laser. Ce dernier parcourt alors une grille de spot (GPFS) afin d'assurer l'excitation thermique de l'échantillon. La méthode des paraboles logarithmiques est ensuite utilisée pour mesurer la diffusivité thermique le long des axes x et y pour chaque point puis une interpolation spatiale conduit à une cartographie des diffusivités pour chaque ROI. Enfin, la carte 2D obtenue pour tout l'échantillon est repliée sur la structure CAO 3D importée dans le logiciel de traitement.

2. Matériel et méthodes

a. Dispositif expérimental

Le montage expérimental est présenté Fig. 1.a et Fig. 1.b. Une diode laser CW (976 nm) de 330 mW est utilisée pour chauffer la surface de l'échantillon. Un système de balayage à deux axes à balayage (Thorlabs GVS112 / M) est utilisé pour contrôler le déplacement spatial du point laser sur la surface de l'échantillon. Une lentille f-thêta (focale de 160 mm) est utilisée pour focaliser le faisceau laser sur le plan objet avec un diamètre de spot de 25 µm. Avec cette distance focale, la surface observable est un carré de 11 cm × 11 cm. Un miroir dichroïque, traité pour refléter 95% du faisceau entre 700 nm à 1000 nm et pour transmettre 95% du rayonnement infrarouge entre 2 et 16 µm. Ce miroir permet de

diriger le faisceau laser perpendiculairement à la surface de l'échantillon. Le champ de température à la surface de l'échantillon est enregistré par une caméra IR (FLIR SC7000, 320 × 256 pixels, pas 30 µm, bande spectrale de 7 à 14 µm). La caméra est équipée d'un objectif à longueur focale de 25 mm, offre une résolution spatiale de 390 µm par pixel et permet d'analyser des échantillons de taille typique de 8 × 6 cm. Vous trouverez plus de détails sur la configuration dans la réf. [9]

a) b)

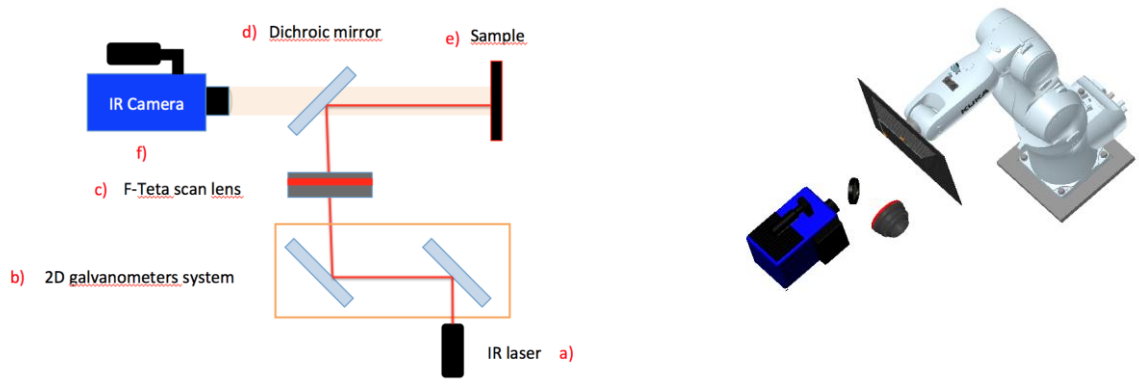


Fig. 1: *présentation du dispositif expérimental: a) Schéma du système optique and b) Ensemble avec le bras robotisé.*

La pièce à analyser Fig. 2.a est fixée sur le bras robotisé à 6 axes. La conception assistée par ordinateur (Fig. 2.b) nous permet d'exporter la forme et les dimensions exactes sous différents formats. Dans cette étude il s'agit d'un matériau composite de forme complexe (tissu carbone / époxy). Les dimensions totales de l'échantillon sont 400 × 300 mm. L'épaisseur de l'échantillon est de 2 mm sur le bord et de 25 mm au centre. La surépaisseur est obtenue par une insertion de mousse entre trois couches de tissu de carbone. La face arrière est plate et ne sera pas caractérisée dans cette étude ou seule la face avant sera analysée.

.

a) b)

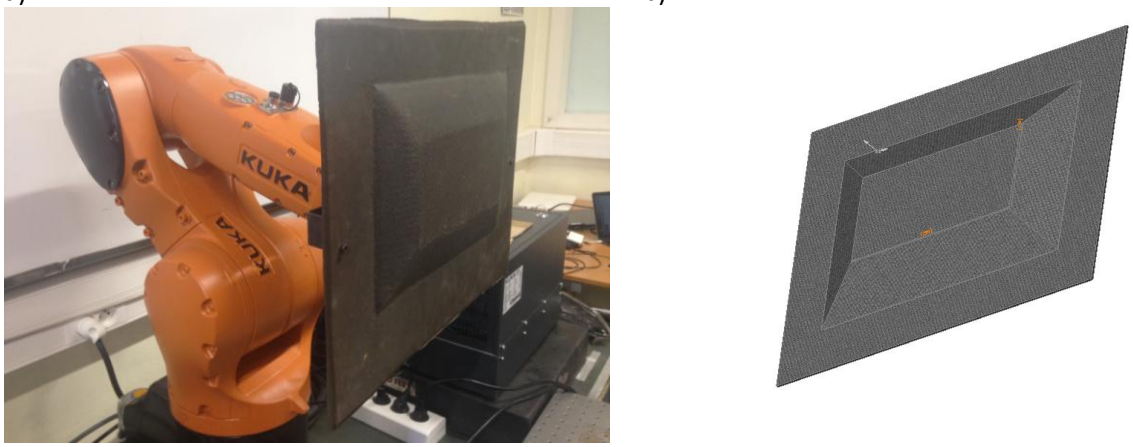


Fig. 2: *a), Piéce à analyse placée sur le robot 6 axes, b), Piéce dessinée en CAO.*

b. Méthode de mesure

Cette configuration peut être facilement adaptée pour traiter des échantillons de grande taille. Dans le cas de pièces complexes, un bras robotisé 6 axes doit être utilisé pour déplacer l'échantillon. En effet, la zone de mesure doit être perpendiculaire au faisceau laser. Dans cette étude, la zone de mesure est un carré de 50 × 50 mm avec une résolution spatiale de 390 µm. Dans chaque carré, le faisceau laser est focalisé à la surface de l'échantillon avec un diamètre de 25 µm. La grille de spot laser est constitué

de 7 excitations dans chaque ligne et chaque colonne (axes X et Y), soit un total de 49 spots dans chaque ROI. La durée de l'impulsion est de 200 ms, ce qui donne 9,8 s pour compléter la grille. La Fréquence d'acquisition de la caméra est fixée à 200Hz et 2500 images sont enregistrées chaque film (12,5 secondes).

Deux méthodes peuvent être utilisées pour programmer la position du robot. La première méthode (appelée Apprentissage) consiste à placer l'échantillon au niveau du plan focal tout en garantissant que le faisceau laser est normal à la surface de l'échantillon. La position du bras est enregistrée puis la zone suivante est analysée. Cette méthode prend beaucoup de temps et nécessite une grande attention pour éviter les zones de chevauchement des différentes ROI et pour assurer une position, une distance et une orthogonalité correctes par rapport au faisceau laser et à la caméra. La seconde méthode (appelée OLP pour Off-Line Programming) permet de créer des positions de robot basées sur un modèle 3D du robot et de son environnement. Dans cette étude, la conception assistée par ordinateur a été utilisée pour dessiner la partie échantillon 3D et le fichier a été exporté au format STL vers le contrôleur KUKA. La zone de mesure a été définie comme un carré (50 × 50 mm) et l'échantillon (cf. Fig. 3.a) est un rectangle de 400 × 300 mm avec une surépaisseur de 25 mm. A partir de ces valeurs, le nombre et les positions du bras peuvent être facilement programmés avec deux contraintes majeures: i-les surfaces planes de la pièce doivent être positionnées dans le plan focal de la caméra, ii-le faisceau laser doit être perpendiculaire à la région d'intérêt.

L'échantillon a été divisé en une matrice de 52 zones d'analyse. Chaque bande horizontale est divisée en 8 carrés de 50 * 50mm pour analyser la longueur totale de 400mm. Chaque colonne est composée de 6 zones pour scanner les 300 mm de l'échantillon. La première région d'intérêt est défini comme étant le carré en haut et à gauche de l'échantillon. Après la première grille de spot laser réalisé l'échantillon est déplacé de 50 mm vers la droite pour effectuer la seconde analyse (Fig. 3.a). Les zones suivantes suivent la forme « d'une coquille d'escargot » (Fig. 3.b). Les bords de la surépaisseur doivent être positionnés avec précaution pour être perpendiculaires au faisceau laser (représentés par les flèches sur la figure 3.a). L'échantillon doit être tourné pour assurer l'alignement. De plus, les 4 coins de la surépaisseur doivent être balayés 2 fois et seul le demi-carré perpendiculaire au laser sera utilisé pour l'estimation de la diffusivité. Par exemple, dans la Fig. 3.b, le coin supérieur droit doit être positionné dans le plan focal de la caméra pour la partie supérieure et perpendiculaire au faisceau laser (flèche verte et zone verte dans la Fig. 3.a, numérotés 30g dans la Fig. 3.b) et tourné pour analyser la partie droite (zone violette et flèche sur la figure 3.a, numérotées 30d sur la figure 3.b). En raison de la forme complexe et de la grande dimension de la pièce, il est nécessaire de réaliser 52 positions avec 49 points pulse laser dans chaque ROI, soit un total de 2548 excitations laser.

a) b)

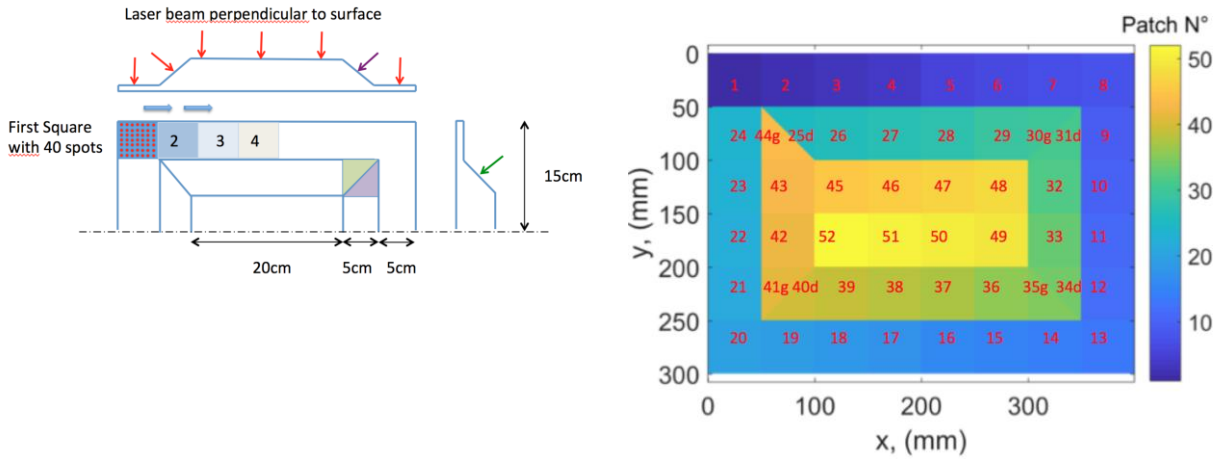


Fig. 3: *a) vue de coté et de dessus du matériau , chaque carré est une region d'intérêt, la direction du laser est indiqué par les fléches, b) ordre des différentes zones analysées.*

c. Méthode parabolique

La méthode parabolique est basée sur l'analyse de la mesure du champ de température transitoire (Fig.

4.a) et le traitement direct d'une petite zone autour du point de chauffage, pour chaque spot pulsé (Fig. 4.b). Cette méthode, décrite dans [9], est basée sur le traitement logarithmique spatial de la réponse en température. Pour chaque spot, nous obtenons l'estimation des diffusivités le long des directions x et y. Le résultat d'une interpolation spatiale (49 valeurs pour chaque zone de 50 * 50mm) est une carte de la diffusivité thermique pour les deux directions x et y, respectivement, Fig. 4c et 4.d. La valeur moyenne est de 2,8 10−7 $m^2.s^{-1}$, ce qui est en bon accord avec la littérature pour un composite carbone/époxy.

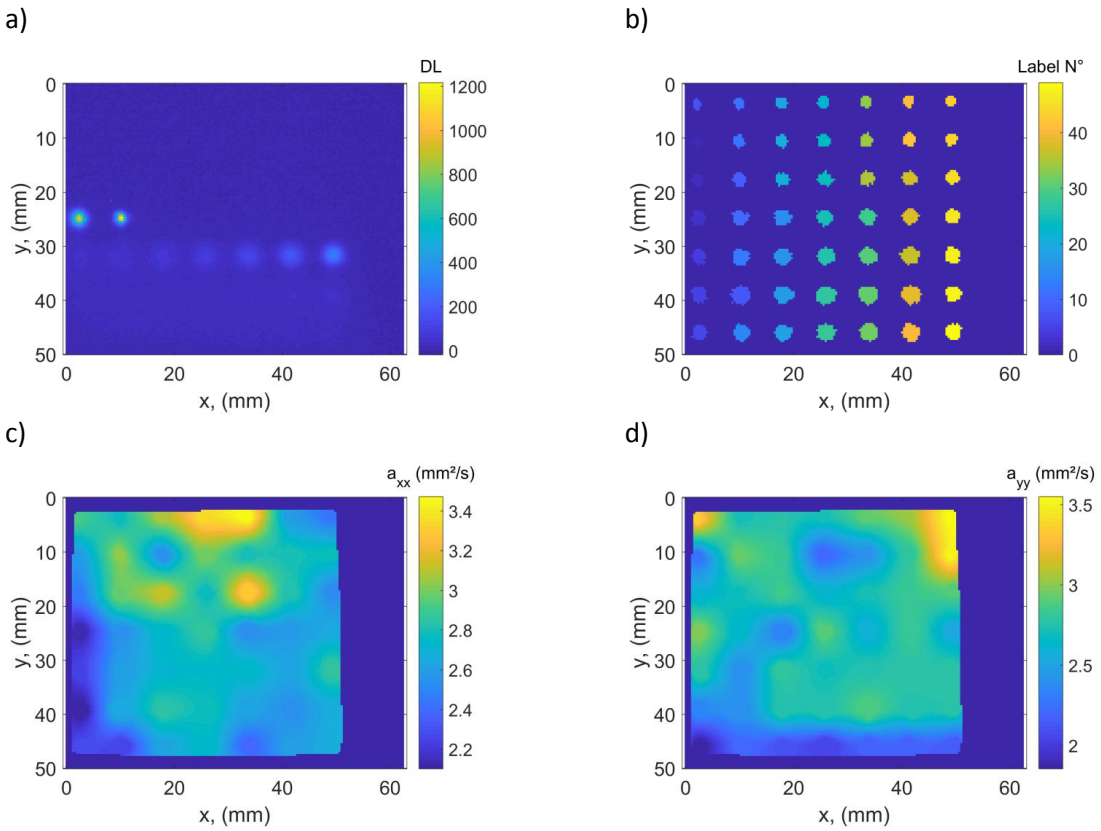


Fig. 4: *Estimation des propriétés thermiques dans le plan avec la méthode des paraboles: (a) champ de température après 23 spots (b) labellisation des spots laser, (c) diffusivité selon x et (d) selon y.*

d. Méthode de reconstruction

Un logiciel maison a été conçu pour importer la forme 3D en CAO de diverses pièces, les surfaces d'intérêt sont isolées et la carte 2D de toutes sortes de propriétés peut être collée dessus. Dans cette étude, 52 régions d'intérêt ont été assemblées dans l'ordre des positions pour obtenir les cartes 2D. Ces images ou films sont collés sur la surface 3D d'intérêt. Par exemple, le champ de température peut être visualisé en fonction du temps sur la figure 5.a (après 1,2 seconde) et sur la figure 5.b après (2,4 secondes).

a) b)

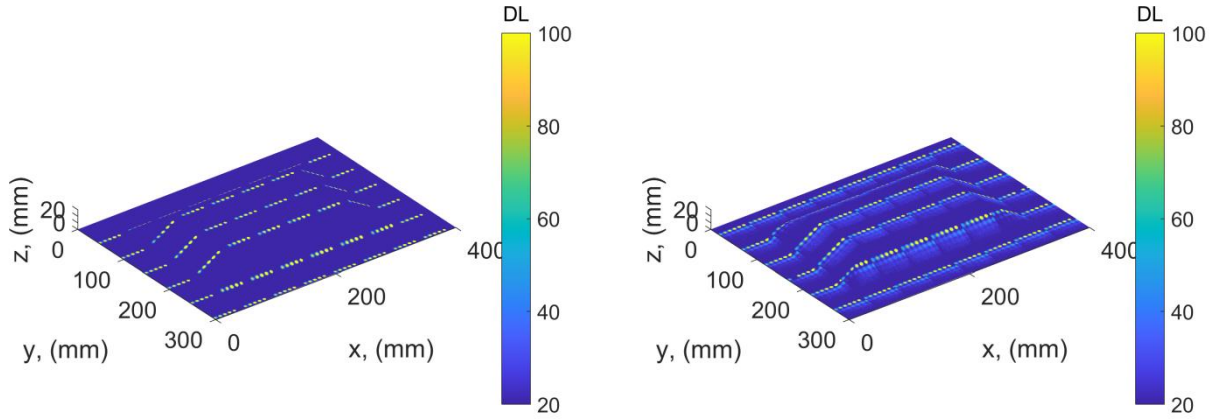
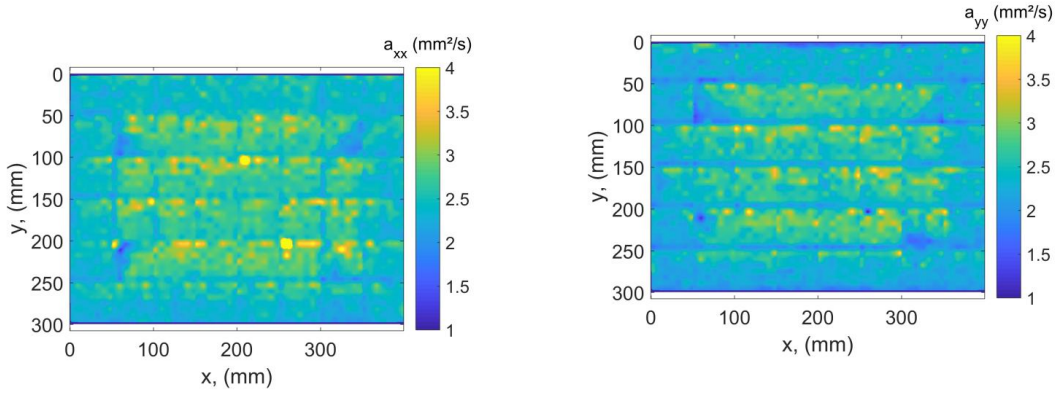


Fig. 5: *Champ de température durant l'analyse de la zone: a) après 1.2s et b) après 2.4s.*

3. Résultats et discussions

4. a)

b)



5.

c)

d)

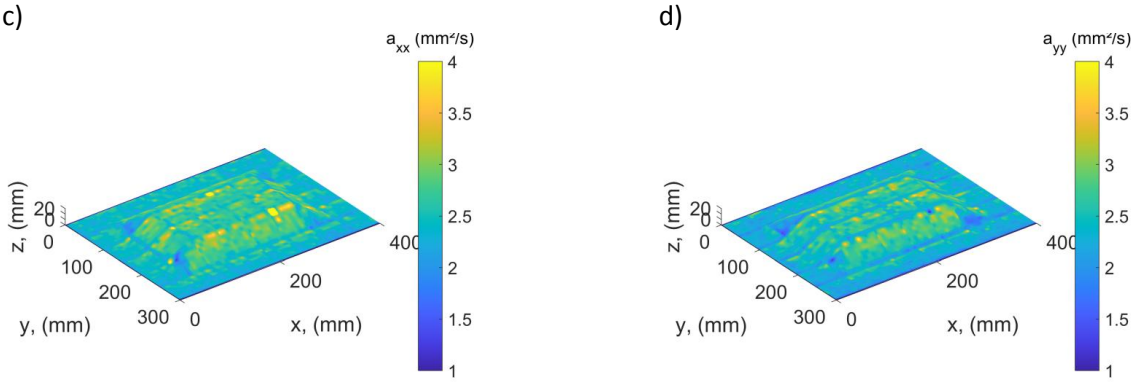


Fig. 6: *Carte des diffusivité thermique: a) 2D selon x, b) 2D selon y, c) Carte 2D selon x collé sur la forme 3D, d) idem selon y.*

Les cartes de diffusivités 2D suivant les directions x et y sont présentées à la Fig. 6 a, b. Nous pouvons clairement voir que la diffusivité est plus élevée dans la direction x que dans la direction y. Les valeurs moyennes sont à peu près égales ax = $2.9.10^{-7}$ $m^2.s^{-1}$ et ay = $2.7.10^{-7}$ $m^2.s^{-1}$, mais nous pouvons mettre en évidence certaines différences locales probablement dues aux orientations des fibres ou à l'épaisseur de la résine époxy. démontrant le caractère anisotrope de l'échantillon. Enfin, ces cartes 2D sont repliées sur la forme 3D (Fig. 6 c, d) où on peut voir que les valeurs sont plus basses dans les différents coins de la surépaisseur; ceci est probablement dû au processus de fabrication qui conduit à une épaisseur plus importante de résine époxy.

5. Conclusions

Dans ce travail, nous avons utilisé la technique de la grille de pulse laser et des paraboles associées à un bras robotisé pour la caractérisation thermique d'un matériau composite de forme complexe 3D. Les grandes dimensions de cette pièce (400 × 300 mm) imposent de changer d'échelle pour analyser 52 petites régions d'intérêt (dimension 50 × 50 mm). Le bras 6 axes est utilisé pour déplacer l'échantillon et modifier la position des différentes ROI en maintenant la surface de l'échantillon dans le plan focal et à la normale du faisceau laser.

La méthode des paraboles logarithmiques a été utilisée pour mesurer la diffusivité thermique le long des axes x et y pour chaque point puis une interpolation spatiale conduit à la carte de diffusivités pour chaque ROI. Enfin, la carte 2D obtenue pour toutes les ROI est collée sur la structure CAO 3D importée dans le logiciel de traitement. Cette technique met en évidence le caractère anisotrope de l'échantillon: la diffusivité est plus élevée dans la direction x que dans la direction y.

6. Références

[1] W.J. Parker, R.J. Jenkins, C.P. Butler and G.L. Abbott, Flash method of determining thermal diffusivity, heat capacity, and thermal conductivity, J. Appl. Phys. 32, 1679-84 (1961).

[2] D.L. Balageas, Thermal diffusivity measurement by pulsed methods, High Temp.-High Press. 21, 85-96 (1989).

[3] J.-C. Krapez, G. Gardette, Characterization of anisotropic materials by steady-state and modulated thermal ellipsometry, High Temp. High Press. 30, 567 (1998).

[4] J.F. Bisson, D. Fournier, Influence of diffraction on low thermal diffusivity measurements with infrared photothermal microscopy, J. Appl. Phys. 83, 1036 (1998).

[5] C.S. Welch, D.M. Heath, W.P. Winfree, Remote measurement of in-plane diffusivity components in plates, J. Appl. Phys. 61, 895 (1987).

[6] F. Cernuschi, A. Russo, L. Lorenzoni, A. Figari, In-plane thermal diffusivity evaluation by infrared thermography, Rev. Sci. Instrum. 72, 3988 (2001).

[7] P. Bison, F. Cernuschi and S. Capelli, A thermographic technique for the simultaneous estimation of in-plane and in-depth thermal diffusivities of TBCs, Surface & Coating Technology 205, 3128 (2011).

[8] N.W. Pech-May, A. Mendioroz and A. Salazar, Simultaneous measurement of the in-plane and in-depth thermal diffusivity of solids using pulsed infrared thermography with focused illumination, NDT&E International 77, 28-34 (2016).

[9] L. Gaverina, J.C. Batsale, A. Sommier and C. Pradere, Pulsed flying spot with the logarithmic parabolas method for the estimation of in-plane thermal diffusivity fields on heterogeneous and anisotropic materials, J. Appl. Phys. 121, 115105 (2017).

[10] L. Gaverina, A. Sommier, J.L. Battaglia, J.C. Batsale and C. Pradere, Pulsed Flying Spot Elliptic method for the estimation of the thermal diffusivity field of orthotropic materials. Int. J. Therm. Sci. 125, 142-148 (2018).

[11] D. Demange, P. Beauchene, M. Bejet, R. Casulleras, Mesure simultanée de la diffusivité thermique selon les deux directions principales d'un matériau, Rev. Gen. Therm. 36, 755 (1997).

[12] P. Cielo, L.A. Utracki, M. Lamontagne, Thermal diffusivity measurements by the converging thermal wave technique, Canad. J. Phys. 64, 1172 (1986).

[13] S. Alterowitz, G. Deutscher, M. Gerhenson, Heat capacity and thermal conductivity of sintered Al_2O_3 at low temperatures by the heat pulse technique, J. Appl. Phys. 46, 3637 (1975).

[14] I. Philippi, J.C. Batsale, D. Maillet, A. Degiovanni, Measurement of thermal diffusivities through processing of infrared images, Rev. Sci. Instrum. 66, 182 (1995).

[15] C. Welch, J. Johnson, Thermographic measurement of in-plane diffusivity in very thin plates using diffusion of thermal patterns, in: D.O. Thompson, D.E. Chimenti (Eds.), Rev. Progress in Quant. Nondestr. Eval., vol. 19, Plenum, New York, 1999, pp. 1449–1456.

[16] J.C. Krapez, L. Spagnolo, M. Frieb, H.P. Maier and G. Neuer, Measurement of in-plane diffusivity in non-homogeneous slabs by applying flash thermography, Int. J. Therm. Sci. 43, 967 (2004).

[17] Y.Q. Wang, P.K. Kuo, L.D. Favro and R.L. Thomas, A novel "flying-spot" infrared camera for imaging very fast thermal-wave phenomena, In Photoacoustic and Photothermal Phenomena II Springer Series in Optical Sciences 62, 24-26 (1990).

[18] C. Gruss and D. Balageas. Theoretical and experimental applications of the flying spot camera. Proc QIRT 92 Conference (Seminar Eurotherm No 27) D Balageas, G Busse, GM Carlomagno eds Editions Europennes Thermique et Industrie, Paris. 1992;:19–24. Available from: QIRT Open Archives: www.qirt.org/dynamique/index.php?idD=55, Paper QIRT 1992-004.

[19] J.L. Bodnar and M. Egée, Wear crack characterization by photothermal radiometry, Wear 196, 54-59 (1996).

[20] J.C. Krapez, Résolution spatiale de la cemara thermique à source volante, Int. J. Therm. Sci. 38, 769-779 (1999).

[21] J. Schlichting, M. Ziegler, A. Dey, Ch. Maierhofer and M. Kreutzbruck, Efficient data evaluation for thermographic crack detection, QIRT J. 8, 119-123 (2011).

[22] S.E. Burrows, S. Dixon, S.G. Pickering, T. Li and D.P. Almond, Thermographic detection of surface breaking defects using a scanning laser source, NDT&E Int. 44, 589-596 (2011).

[23] T. Maffren, P. Juncar, F. Lepoutre and G. Deban, Crack detection in high-pressure rurbine blades with flying spot active thermography in the SWIR range, Rev. Progress Quantitative Nondestructive Evaluation, AIP Conference Proc. 1430, 515-522 (2012).

[24] U. Netzelmann, Flying-spot lock-in thermography and its application to thickness measurement and crack detection, QIRT Conference Bordeaux 2014. Available from: QIRT Open Archives: http://dx.doi.org/10.21611/qirt.2014.064.

[25] A. Thiam, J.C. Kneip, E. Cicala, Y. Caulier, J.M. Jouvard and S. Mattei, Modeling and optimization of open crack detection by flying spot thermography, NDT&E Int. 89, 67-73 (2017).

[26] N. Montinaro, D. Cerniglia and G. Pitarresi, Detection and characterization of disbonds on fibre metal laminate hybrid composites by flying laser spot thermography, Composites Part B 108, 164-173 (2017).

[27] C. Boué and S. Holé, Open crack depth sizing by multi-speed continuous laser stimulated lock-in thermography, Meas. Sci. Technol. 28, 065901 (2017).

Mesures in-situ lors de la fusion laser de poudres

R. KROMER, E. LEGUEN, C. ARVIEU, E.LACOSTE

Univ. Bordeaux, I2M, UMR 5295, F-33400 Talence, France

Résumé

La santé matière des pièces élaborées par le procédé de fabrication additive sur lit de poudres (procédé SLM) est directement liée aux interactions laser-matière entrainant la fusion de la poudre et des précédentes couches durant l'élaboration. Elle varie en fonction de choix de nombreux paramètres opératoires (paramètres du laser, stratégie de déplacement du laser et environnement gazeux) et du matériau [1-3]. Des mesures in-situ lors de la fusion du lit de poudre sont proposées afin de générer des données associées au bain de fusion. Ces mesures sont réalisées à partir d'un banc instrumenté reproduisant les conditions expérimentales du procédé LBM. L'objectif est donc de pouvoir comprendre les mécanismes de fusion laser de lit de poudres et de les associer aux paramètres de la machine. Pour cela, les mécanismes de fusion seront corrélés aux informations transmises par les différents capteurs positionnés sur le banc. Plusieurs systèmes peuvent être utilisés tel que des caméras rapides, des pyromètres, des profilomètres laser et/ou des photodiodes. Chaque capteur permettra d'appréhender différents évènements et de qualifier l'état de la matière. La complémentarité des informations issues des différents capteurs permettra d'établir des liens entre les paramètres opératoires et la santé matière. Des fonctions de transfert seront développées en utilisant une partie des informations grâce à des méthodes de seuillage et des méta-modèles. Quelques résultats obtenus sur la fusion de poudres d'aluminium seront présentés.

[1] P.Fisher, V. Romano, H.P. Weber, N.P. Karapatis, E. Boillat, R. Glardon, "Laser powder bed fusion additive manufacturing of metals; physics, computational, and materials challenges," Acta Mater., 51(6), 1651, 2003.

[2] P. O'Regan, P. Prickett, R. Setchi, G. Hankins, N. Jones, "Metal based additive layer manufacturing: variations, correlations, and process control," Pr. Comp. Sci., 96, 216, 2016.

[3] T. Kimura, T. Nakamoto, "Microstructures and mechanical properties of A356 (AlSi7Mg0.3) aluminum alloy fabricated by selective laser melting, " Mat. & Design, 89, 1294, 2016.

Application of Infrared Camera on Thermal Diagnosis of Building Envelope: Temperature and Heat Flux Estimations

Y.YANG[a]*, A. SEMPEY[b], T. Vogt-WU[b]

[a] School of Energy and Power Engineering, University of Shanghai for Science and Technology, 516 Jun Gong Road, Shanghai 200093, China

[b] Institute of Mechanics and Engineering (I2M), UMR CNRS 5295, University of Bordeaux, Arts et Métiers ParisTech, Bordeaux INP, INRA, Talence 33400, France

*yingyingyang@usst.edu.cn

1. Introduction

Thermal parameters of the building envelope are essential information for building energy simulation, economic optimization, building accreditation or resale, and retrofitting energy efficiency of existing buildings. The quantitative thermal diagnosis on building walls is of great importance. Infrared thermography technique (IRT) is a very popular and powerful method for this building diagnosis[1] [2]. IRT is non-contact and can provide a large monitoring capacity. It can qualitatively detect the thermal bridging or excessive heat loss areas, air leakages, missing or damaged thermal insulation in the building's elements, sources of moisture [3]. Moreover, IRT also has a large potentiality to characterize the thermal properties of the building walls. This characterization is based on studying a transient heat transfer modelling of the investigated wall with knowing the surface temperature and heat flux [4][5][6]. To estimate the wall properties, the surface temperature and heat flux should be measured accurately. This work will mainly study the estimation approaches of the two parameters using an infrared (IR) camera.

Figure 1 shows the principles of an IR camera [7]. First, the IR camera collects a certain energy signal that emitted by the target object through its lens. This certain signal can be focused on long wavelength infrared or mid wavelength infrared. The collection involves a photon detector or a thermal detector, such as a micro bolometer. Then, the collected energy will cause the detector to produce a voltage that results in a digital count through the system's A/D converter. After the camera is calibrated with a blackbody, radiance values can be estimated by measuring these digital counts. Finally, the camera converts radiance values to temperature with knowing the emissivity of the target surface and the ambient parameters.

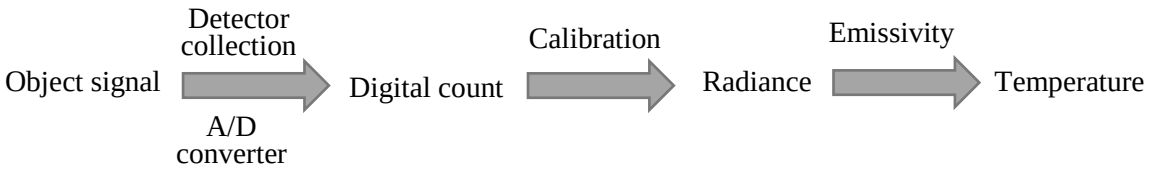


Figure 1 Principle of IR camera

2. Experimental setups

As shown in **Figure 2**, a four multilayer wall with thickness of 0.263 m, formed by mortar, concrete block, insulation material and plaster board is studied. Six halogen lamps placed in front of the wall are used to heat one surface of this investigated walls. The heating signal lasts for one hour and then stops for one hour for cooling. Surface temperatures and heat fluxes have been measured by contact sensors (thermocouples and heat fluxmeters). Type T (copper–constantan) thermocouples are used in our work. All the thermocouples have been calibrated in advance in the laboratory. Accuracy of thermocouple is 0.1 °C. Thermoelectric modules are used as the heat fluxmeter during the tests thanks to their high sensitivity and low cost. Thermoelectric modules (Fig. 5 (a)) are used as the heat fluxmeter in this case thanks to their high sensitivity and low cost. According to the calibration tests on these thermoelectirc modules, the uncertainty of thermoelectric module is 4.15 W/m2 when the heat flux is less than 500 W/m2, 0.17 W/m2 when the heat flux is less than 20 W/m2.

An IR camera is used to estimate the temperatures and heat fluxes which are then compared with the results obtained from the contact sensors. The IR camera FLIR A325, whose spectrum ranges from 7.5 to 13 µm, is chosen. The test area is located at the center of the wall. The IR camera and the center of lamps are fixed at the same height with this test area. The measurements are collected by a data logger GL840.

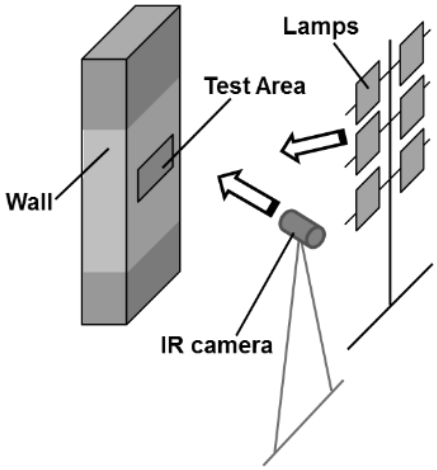


Figure 2 Experimental setup

3. Temperature measurement

According to the basic principle of the IR camera [8], the total radiation received by the IR camera W_{tot} (W/m^2) is given by Eq.(1).

$$W_{tot} = \varepsilon_{wall} \cdot \tau_{atm} \cdot \sigma \cdot T_{wall}^4 + (1 - \varepsilon_{wall}) \cdot \tau_{atm} \cdot \sigma \cdot T_{surr}^4 + (1 - \tau_{atm}) \cdot \sigma \cdot T_{atm}^4 \qquad (1)$$

where σ is the Stefan-Boltzmann constant, ε_{wall} is the emissivity of wall, T_{wall} is the surface temperature of the wall, τ_{atm} is the transmittance of the atmosphere. The distance between the IR camera and the wall surface is 1 m, allowing us to assume τ_{atm} as 1 due to its weak influence in this work.

IR camera system, such as ResearchIR software, can convert this detected radiance to temperature values. However, this common used approach assumes the surrounding radiative temperature (T_{surr}) being constant. For example, when the reflected temperature is set at 20 °C, the wall surface temperature is exported from ResearchIR system. **Figure 3** shows the comparison of temperature that measured by thermocouples ($T_{wall-TC}$) and IR camera directly ($T_{wall-IR}$).

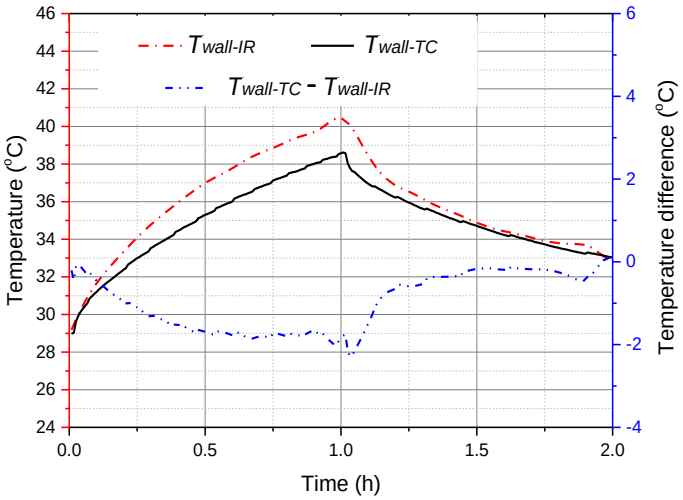


Figure 3. Temperatures measured by thermocouples versus temperature measured by IR camera with setting reflected temperature of 20 °C.

The temperature measured by IR camera is 1-2 °C higher than the temperature that measured by thermocouples in the heating period, especially for high temperatures. While, during the cooling period, this difference becomes weak. We suppose this phenomenon is caused by the constant setting of reflected temperature. While, T_{surr} varies obviously during our test, thus a fully crumpled aluminum is used to measure T_{surr} based on the standard ISO 18434. The emissivity of the wall surface (mortar surface) was evaluated using the IR camera with an adapted post-processing based on this standard as well. The measured emissivity of wall surface matches well with the reference values. The corrected temperature of wall measured by the IR camera ($T_{wall-IR-corr}$) can be calculated by Eq.(2) [9]:

$$T_{wall-IR-corr} = \left(\frac{\left(T_{wall(\varepsilon=1)}^4 - (1-\varepsilon_{wall}) T_{surr}^4 \right)}{\varepsilon_{wall}} \right)^{\frac{1}{4}} \text{[K]} \qquad (2)$$

where $T_{wall(\varepsilon=1)}$ is the obtained surface temperature of the wall when assuming the wall as a blackbody.

The temperature estimated by the proposed method with the IR camera has a good agreement with the temperature that measured by the thermocouples ($T_{wall-TC}$), as shown in **Figure 4**. The difference between the two temperatures is less than 0.5 °C.

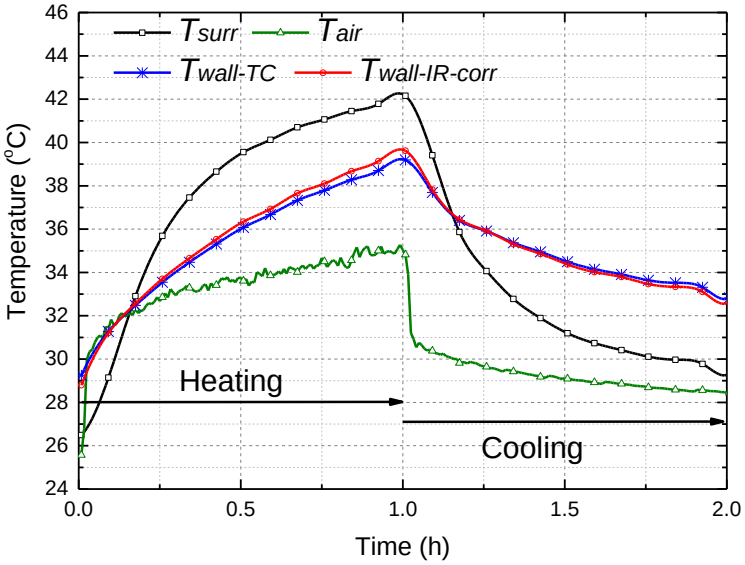


Figure 4. Temperatures of wall ($T_{wall-IR-corr}$, $T_{wall-TC}$), air (T_{air}) and surroundings (T_{surr}).

4. Heat flux estimation

Based on the surface energy balance applied to the wall, the heat flux of the wall (q_{wall}) is determined by the convection and radiation:

$$q_{wall} = h_c(T_{air} - T_{wall}) + h_r(T_{surr} - T_{wall}) \qquad (3)$$

where h_c is the convective coefficient, h_r is the radiative coefficient, given by:

$$h_r = \varepsilon_{wall}\sigma(T_{surr} + T_{wall})({T_{surr}}^2 + {T_{wall}}^2)$$
$$h_c = \frac{\lambda \cdot Nu}{H} \qquad (4)$$

where H is the height of the vertical plate, , Nu is the Nusselt number, λ is the thermal conductivity.

Figure 3 shows the estimated heat flux by IR camera ($q_{wall-IR\ camera}$) and heat flux measured by heat fluxmeter ($q_{wall-fluxmeter}$). During the heating period (**Figure 5**(a)), there is a large

difference between the two heat fluxes. When the lamp is launched on, it contributes plenty of radiation to the wall surface due to its high temperature. However, the lamps emit a wide spectral band, which can not be detected by the IR camera whose spectral band of detection is from 7.5 to 13 µm. Therefore, the estimation of the total radiation heat flux is not determined by the T_{surr} measured with this camera.

During the cooling period, as shown in **Figure 5**(b), there is a good agreement between $q_{wall-IR\ camera}$ and $q_{wall-fluxmeter}$. Most of the difference values ($q_{wall-fluxmeter} - q_{wall-IR\ camera}$) are with in $\pm$ 5 W/m^2, which is reasonable and acceptable.

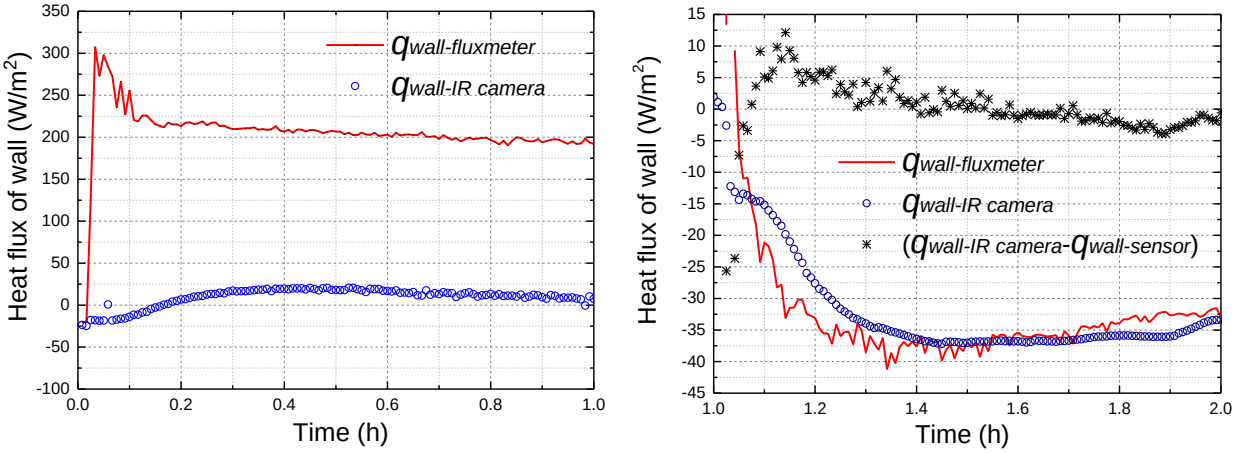


Figure 5. Heat flux of wall estimated by IR camera and by contact heat fluxmeter sensor: (a) heating period, (b) cooling period

5. Conclusions and perspectives

This work studies the application of IR camera to estimate the surface temperature and heat flux of wall when diagnosing the wall properties. The measured temperature by IR camera is corrected by using the variable T_{surr} for the estimation. The corrected temperature matches better with temperatrue measured by thermocouples than that without this correction.

The estimated heat flux of wall by IR camera during cooling period (without artificial heating source) agrees well with the heat flux measured by heat fluxmeter. However, when the heating lamps are launched on, it is very difficult to estimate the total radiation heat flux due to the high temperature of these lamps and the limitation of the detection spectral band of the IR camera. In the future work, we would like to study the measurement of the surrounding reflective temperature with some heating sources launched on.

6. Acknowledgement

This project has received funding from the European Union's Horizon 2020 research and innovation program under grant agreement No 637221. The sole responsibility for the content of this paper lies with the authors. It does not necessarily reflect the opinion of the European Union. Neither the EACI nor the European Commission is responsible for any use that may be made of the information contained therein.

7. Références

[1] Xavier Maldague, "Nondestructive evaluation of materials by infrared thermography." John Wiley & SonsPub, 2001.

[2] A. Kylili, P. A. Fokaides, P. Christou, and S. A. Kalogirou, "Infrared thermography (IRT) applications for building diagnostics: A review," *Appl. Energy*, vol. 134, pp. 531–549, Dec. 2014.

[3] R. Plesu, G. Teodoriu, and G. Taranu, "Infrared thermography applications for building investigation," *Bul. Institutului Politeh. Din Lasi Sect. Constr. Arhit.*, vol. 58, no. 1, p. 157, 2012.

[4] N. Karpowicz, H. Zhong, J. Xu, K.-I. Lin, J.-S. Hwang, and X.-C. Zhang, “Comparison between pulsed terahertz time-domain imaging and continuous wave terahertz imaging,” *Semicond. Sci. Technol.*, vol. 20, no. 7, pp. S293–S299, Jul. 2005.
[5] Y. Yang *et al.*, “STUDY OF METHODOLOGY FOR QUANTITATIVE THERMAL DIAGNOSTIC OF WALL,” presented at the Quantitative InfraRed Thermography Asia, Daejeon, Korea, 2017.
[6] Y. Yang, T. V. Wu, A. Sempey, C. Pradere, A. Sommier, and J.-C. Batsale, “Combination of terahertz radiation method and thermal probe method for non-destructive thermal diagnosis of thick building walls,” *Energy Build.*, vol. 158, pp. 1328–1336, Jan. 2018.
[7] FLIR, “The ultimated infrared handbook for R&D professionals: http://www. flirmedia.com /MMC/THG/Brochures/T559243/T559243_EN.pdf.” .
[8] R. Usamentiaga, P. Venegas, J. Guerediaga, L. Vega, J. Molleda, and F. Bulnes, “Infrared Thermography for Temperature Measurement and Non-Destructive Testing,” *Sensors*, vol. 14, no. 7, pp. 12305–12348, Jul. 2014.
[9] Y. YANG, “Innovative non-destructive methodology for energy diagnosis of building envelope,” Mechanics [physics], Université de Bordeaux, Bordeaux, 2017.

Futurs usages de la LIBS dans le milieu industriel

***D. Devismes*, F. Pelascini, C. Callens**[(1)]

Cetim Grand Est
24a rue d'Alsace, 67400 Illkirch-Graffenstaden
(1) Cetim Grand Est
21 rue de Chemnitz, 68068 Mulhouse

1. Introduction

Dans un monde en pleine révolution numérique, des écarts subsistent entre ce quotidien ultra-connecté et la réalité de la production industrielle. Ces décalages perdurent par des freins techniques et un parc machine français plutôt vieillissant (19 ans en moyenne), mais également par des freins culturels et économiques.

Des réelles opportunités apparaissent cependant pour moderniser l'outil industriel grâce au contrôle et surveillance 4.0 des productions. Ce changement de paradigme et fondement de l'excellence industrielle du futur est rendue possible par le couplage de l'évolution technologique des capteurs (taille, cout, connectivité) avec cette révolution numérique (stockage, transmission, IA).

Des contrôles partiels et/ou imparfaits peuvent ainsi évoluer vers des systèmes de contrôle en temps réel en flux de fabrication. Longtemps considérés comme des postes de couts, ces postes deviennent désormais de réels postes de création de valeur grâce à la richesse des data émises.

Parmi ces contrôles, l'analyse élémentaire de composition chimique est rarement prise en compte. Si elle était intégrée, une solution telle que la LIBS (Laser-Induced Breakdown Spectroscopy) pourrait fournir des informations considérables sur la conformité des produits et sur la détection rapide des problèmes. Les progrès récents de l'imagerie LIBS rendent cette solution prometteuse et accessible à de nombreux développements industriels.

2. Principe de la LIBS

La LIBS est une technique d'analyse élémentaire basée sur l'analyse de spectre d'émission optique d'un plasma généré par la vaporisation de la surface de matériau par un pulse laser. Les analyses élémentaires obtenues ont des sensibilités de l'ordre du ppm pour de nombreux éléments en étant particulièrement sensibles aux éléments légers (H, Li, B, etc.). Elle permet d'analyser les solides, les liquides, les gaz ou encore les nanoparticules. Quant aux matériaux, ils peuvent ne pas être préparés et ne nécessitent pas d'être conducteurs. Ainsi, il est possible de travailler sur les céramiques, métaux, verres, polymères, géosciences, etc. Sa capacité à analyser la composition élémentaire à distance, sans préparation et rapidement font de la LIBS une technique aux capacités uniques et intéressantes pour de nombreuses applications industrielles.

Inventée en 1960, son développement s'est accéléré avec les améliorations des lasers et de la spectrométrie optique. Entièrement optique (cf. figure 1), elle fonctionne à distance et peut donc être adaptée en instrument d'analyse en ligne ou portable, les développements technologiques des dernières décennies ouvrant la perspective de systèmes LIBS portables.

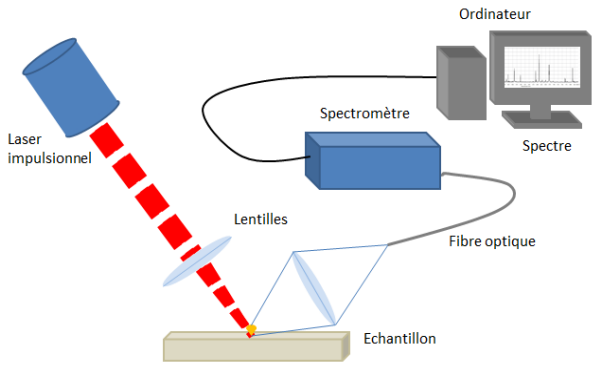


Figure 1. Schéma simplifié d'un système LIBS

3. Contrôle à distance et contrôle en ligne

Au-delà des thématiques, il est possible de distinguer les usages de la LIBS en fonction de la distance de travail entre l'optique et le matériau [1]. Ainsi avec une distance centimétrique, les usages possibles sont principalement liés à la détection d'impureté, à l'imagerie LIBS, à la diffusion dans des matrices. Cette zone de travail concerne aussi les systèmes portatifs LIBS qui sont principalement utilisés pour le tri et la reconnaissance des matériaux en arrivage avec un intervenant humain. Il peut aussi s'adresser à des associations robot-LIBS [2]. A l'échelle décimétrique, il s'agit là aussi de suivi (cf. figure 2) et de tri, mais dans un contexte plus rapide. Il s'adresse souvent aux processus de recyclages et de tris des matériaux [3]. Il peut aussi s'adresser aux analyses sur les liquides. A l'échelle métrique, le contrôle élémentaire LIBS indique un milieu dangereux et difficile d'accès (température, radioactivité, etc.) et s'adresse donc à des industries telles que les aciéries [4] ou le nucléaire.

Figure 2. Extrait modifié de [3] montrant une analyse LIBS sur un bloom d'acier sur un tapis roulant

La LIBS peut répondre à de nombreux problèmes, car il est possible de concevoir des systèmes spécifiques en fonction des besoins. Il existe ainsi des instruments LIBS fibrés, d'autres avec des télescopes ou avec des objectifs de microscope.

4. L'imagerie LIBS : une nouvelle vision élémentaire des surfaces

L'imagerie élémentaire haute sensibilité reste encore aujourd'hui un challenge technologique qui fait généralement appel à des équipements spécifiques et complexes comme l'imagerie par rayonnement synchrotron (SXRF) ou des systèmes d'ablation laser couplés à un spectromètre de masse à torche de plasma (LA-ICP-MS). Notre équipe en collaboration avec l'ILM a mis au point un système tout-optique et rapide basée sur la spectrométrie de plasma induit par laser (LIBS) [5]. Elle permet d'imager les éléments du tableau périodique au sein de tissus biologiques ou tout autre type d'échantillons avec des niveaux de sensibilité (~ ppm) et de résolution (~ 10 µm) intéressants, et une instrumentation entièrement compatible avec les systèmes de microscopie standard.

Le principe instrumental de l'imagerie LIBS consiste à contrôler la position d'un échantillon sur une platine 3 axes et à scanner la surface des matériaux en maîtrisant l'acquisition des spectres avec ses coordonnées. Après traitement, on reconstitue des images élémentaires décrivant des compositions élémentaires. L'intensité des raies étant reliée à la teneur de l'élément dans le plasma, l'intensité du signal sur l'image indiquera la distribution des teneurs à la surface de l'échantillon. La surface étudiée peut être inférieure au mm² jusqu'à plusieurs dizaines de cm² (cf. figure 3) [5]. Contrairement aux méthodes classiques d'analyse élémentaire telles que la spectrométrie de fluorescence synchrotron (micro-XRF) ou l'ablation laser couplée à la spectrométrie de masse (LA-ICP-MS), cette méthode est simple et rapide à réaliser. Il est aussi possible de combiner plusieurs informations d'analyses optiques comme le Raman ou encore la luminescence induite par laser [6].

Capable de détecter des nanoparticules dans des organes [7] des terres rares dans des roches [8] ou encore d'étudier la diffusion dans des catalyseurs [9], l'imagerie LIBS combine accessibilité, vitesse et sensibilité. L'ensemble de ces caractéristiques en font une approche unique avec un potentiel très fort pour les études de recherche fondamentale (médical, géosciences, etc.) comme la R&D d'applications industrielles.

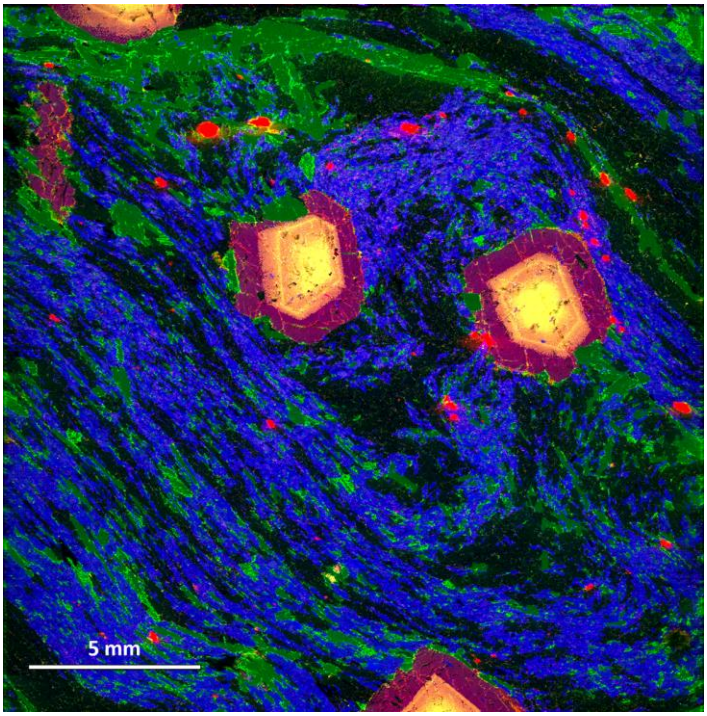


Figure 3. Image élémentaire composite d'un schiste bleu (rouge : Fe, vert : K, bleu : Ca, jaune : Mn)

5. Références

1. R. NOLL, et al. « LIBS analyses for industrial applications–an overview of developments from 2014 to 2018. » Journal of Analytical Atomic Spectrometry 33.6 (2018): 945-956
2. S. PALANCO, J. J. LASERNA. « Full automation of a laser-induced breakdown spectrometer for quality assessment in the steel industry with sample handling, surface preparation and quantitative analysis capabilities. » Journal of Analytical Atomic Spectrometry 15.10 (2000): 1321-1327.
3. V. STURM, et al. « Fast identification of steel bloom composition at a rolling mill by laser-induced breakdown spectroscopy. » Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy 136 (2017): 66-72.
4. G. HUBMER, R. KITZBERGER and K. MORWALD « Application of LIBS to the in-line process control of liquid high-alloy steel under pressure. » Analytical and bioanalytical chemistry 385.2 (2006): 219-224.
5. J.O. CACERES, et al. « Megapixel multi-elemental imaging by laser-induced breakdown spectroscopy, a technology with considerable potential for paleoclimate studies » Sci. Rep., 7 (2017), pp. 5080-5091
6. M. GAFT, et al. « Imaging rare-earth elements in minerals by laser-induced plasma spectroscopy: Molecular emission and plasma-induced luminescence. » Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy (2018).
7. L. SANCEY, et al. « Laser spectrometry for multi-elemental imaging of biological tissues. » Scientific reports 4 (2014): 6065.
8. C. FABRE, et al. « Elemental imaging by laser-induced breakdown spectroscopy for the geological characterization of minerals. » Journal of Analytical Atomic Spectrometry 33.8 (2018): 1345-1353.
9. F. TRICHARD, et al. « Quantitative elemental imaging of heterogeneous catalysts using laser-induced breakdown spectroscopy. » Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy 133 (2017): 45-51.

Controle Non Destructif

Caractérisation de sources de chaleur par méthode d'excitation Dirac

M.M. Groz, A. Meziane, R. Celorrio[(1)], A. Mendioroz[(2)], A. Salazar[(2)], C. Pradère

I2M, UMR CNRS 5295, 351 cours de la Libération, 33400 Talence
(1) EINA/IUMA, Universidad de Zaragoza, Campus Rio Ebro, Edificio Torres Quevedo, 50018 Zaragoza, Spain
(2) Escuela de Ingeniería de Bilbao, Universidad del País Vasco, Plaza Ingeniero Torres Quevedo 1, 48013 Bilbao, Spain.

1. Introduction

Sous l'effet d'une excitation acoustique, un défaut présent dans un matériau (fissure, délaminage, inhomogénéité…) va se comporter comme une source interne de chaleur. La chaleur générée va alors diffuser dans tout le matériau. La thermographie infrarouge permet de mesurer le champ de température à la surface. L'enjeu du problème est de retrouver les caractéristiques du défaut uniquement à partir des données de température obtenues à la surface.

Cependant, pour plusieurs raisons de transferts d'énergie volumique (thermo-acoustique, thermo-induction, thermomécanique…), il est difficile de reconstruire la position, la forme et l'amplitude des sources de chaleur avec seulement les données de température.

Récemment, une première méthode a été développée [1-3], basée sur un algorithme d'inversion avec différents types d'excitation (Lock-In, Burst…) pour différentes géométries de sources (rectangulaires, triangulaires, semi-circulaires…).

Dans cet article, le cas d'une source Dirac (spatiale et temporelle) est étudié. Cela correspond à un modèle réaliste d'une source de chaleur engendrée par de petites inclusions excitées par une méthode ultrasonore. Le but principal est de développer une méthode d'inversion robuste et stable permettant de retrouver des sources ponctuelles et d'en analyser ses possibles avantages par rapport aux autres méthodes.

2. Caractérisation de sources ponctuelles à l'aide de la réponse thermique impulsionnelle

La méthode de caractérisation est basée sur un algorithme d'inversion et nécessite de connaître la solution analytique du « problème direct ».

a. Problème direct

La méthode de caractérisation développée est basée sur un algorithme d'inversion et nécessite de connaître le « problème direct ». La réponse thermique impulsionnelle d'une source ponctuelle située au point (x',y',z') est donnée par l'Eq. (1) où les coefficients α, ρ, c_p correspondent respectivement à la diffusion thermique, la densité et la chaleur spécifique du matériau.

$$T_{Dirac}(x,y,z,t) = \frac{1}{8\rho c_p(\pi\alpha t)^{3/2}} \exp\left(\frac{(x-x')^2+(y-y')^2+(z-z')^2}{4\alpha t}\right) \quad (1)$$

Le champ de température dans le matériau dû à une distribution d'énergie Q (J/m^3) à $t = 0$ est donné par l'Eq. (2), où $r = (x,y,z)$.

$$T(r,t) = \int_{sample} Q(r')T_{Dirac}(r-r',t)\,dr' \quad (2)$$

L'astuce utilisée pour l' « algorithme Dirac » consiste à discrétiser le matériau 3D et de considérer chaque point de discrétisation comme un point source, avec une densité d'énergie $Q(r') = Q_0\eta(r')$. Ici, Q_0 est la valeur maximale de la densité d'énergie et $\eta(r')$ représente la distribution de la densité d'énergie normalisée, variant de 0 (source éteinte) à 1 (source allumée). La température résultante est donc la somme des contributions de chaque point source. Le problème peut donc s'écrire sous la forme d'un opérateur matriciel [3] donné par l'Eq. (3), où chaque $T^{(i)}$ est un vecteur contenant la distribution de température 2D au temps t_i mesurée à la surface du matériau.

$$\begin{pmatrix} A^{(1)} \\ A^{(2)} \\ \vdots \\ A^{(n)} \end{pmatrix} [\eta] = \begin{bmatrix} T^{(1)} \\ T^{(2)} \\ \vdots \\ T^{(n)} \end{bmatrix} \tag{2}$$

b. Problème inverse, premiers résultats

L'exemple présenté ici est le cas de sources de chaleur toutes présentes dans un même plan vertical π *(x=0)*. Chaque source est considérée comme une source spatiale ponctuelle, excitée par une impulsion Dirac temporelle. L'objectif du problème inverse est de retrouver toutes les sources de chaleur situées dans le plan π uniquement à partir du champ de température transitoire mesuré à la surface Z_0 (Cf. Figure 1).

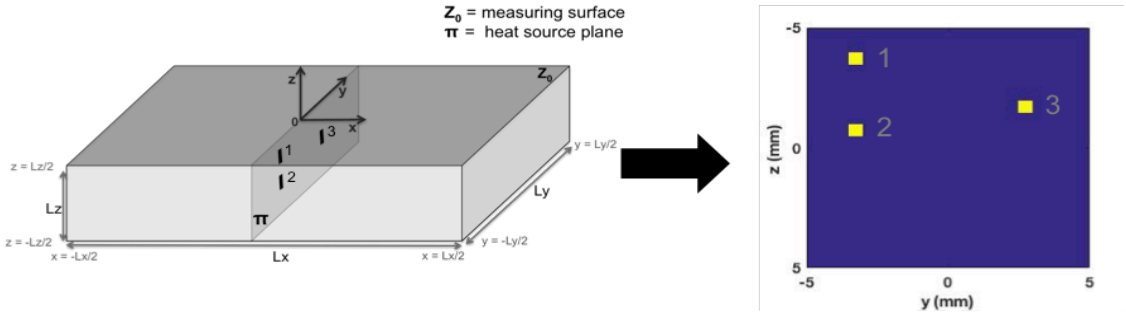


Figure 1. Géométrie du problème et distribution des sources de chaleur sur le plan π

Un algorithme d'inversion est développé à partir de l'Eq. (3) pour obtenir la distribution recherchée *[η]*. Plusieurs reconstructions ont été obtenues en utilisant un nombre différent de discrétisations temporelles n_t. Les valeurs des températures obtenues par la caméra infrarouge sont prises entre $t = 0$ (temps de l'impulsion Dirac) et $t = t_c$, temps caractéristique de diffusion. Trois reconstructions de sources sont présentées ici en prenant trois discrétisations temporelles différentes (Cf. Figure 2) : $n_t = 10$, $n_t = 100$, $n_t = 500$. Par souci de simplification, on prend $Q_0 = 1$.

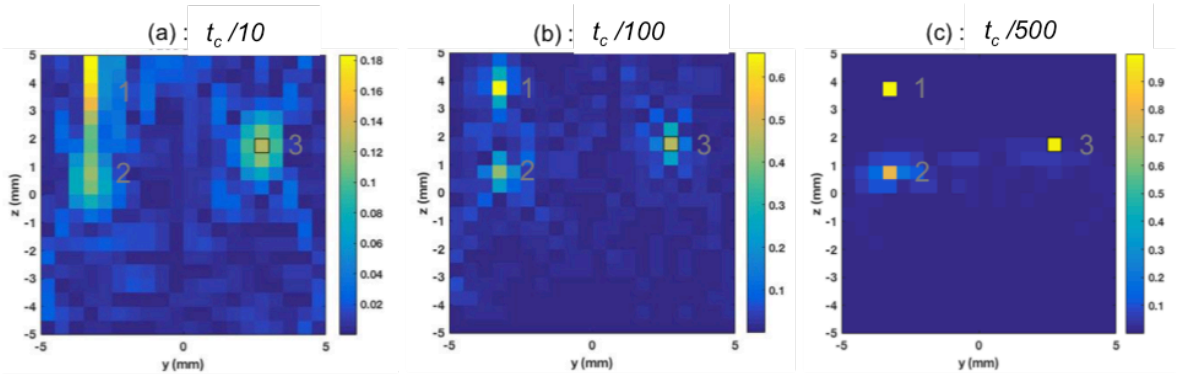


Figure 2. Reconstruction de sources thermiques (intensité et position) pour un nombre croissant de pas de temps

Avec seulement 10 pas de temps, les sources sont mal reconstruites. Les sources 1 et 2 sont confondues, et même si la position de la source 3 est correctement retrouvée, son intensité (de 0,18) est loin de sont intensité réelle (de 1). Cependant, plus le nombre de pas de temps augmente, plus la reconstruction converge vers la bonne solution. En effet, avec 500 pas de temps, les trois sources sont presque parfaitement reconstruites.

Un deuxième résultat très intéressant est qu'avec cette méthode « Dirac », il semble possible de reconstruire des sources de chaleur positionnées les unes au dessus des autres, comme le sont les sources 1 et 2.

Pour observer l'influence du nombre de pas de temps dans le problème inverse, l'intensité de la source 3 est tracée (Cf. Figure 3) selon les directions y et z pour les trois nombre de n_t (10, 100 et 500).

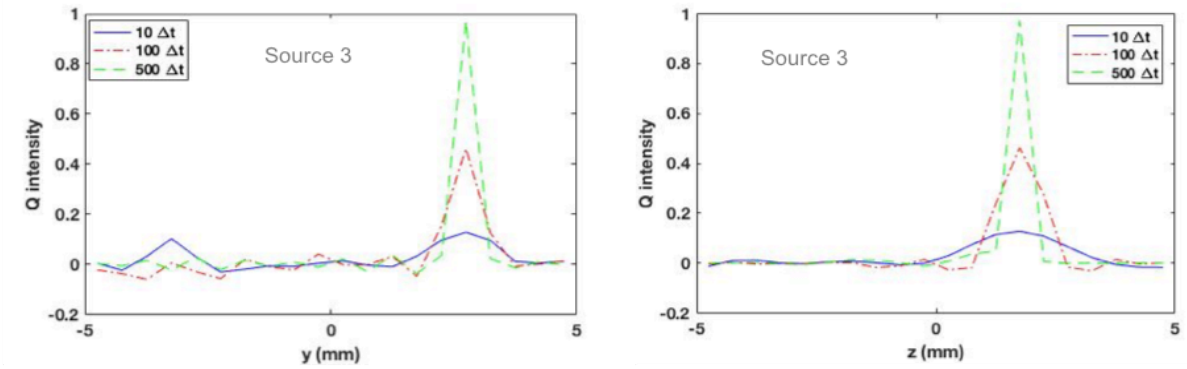


Figure 3. Intensité de la source 3 selon les directions y (à gauche) et z (à droite) pour 3 pas de temps

On observe que l'intensité de la source converge en effet vers 1 quand le nombre de pas de temps augmente.

3. Conclusion

Une méthode pour caractériser des sources ponctuelles enfouies est présentée dans cet article. Cette méthode utilise une excitation ultrasonore sous forme d'un Dirac temporel. Cette méthode est très facile à mettre en place, et donne de très bonnes reconstructions des points sources. Il semble même possible de caractériser plusieurs sources « cachées » les unes sous les autres.

4. Références

1. A. MENDIOROZ, R. CELORRIO, A. CIFUENTES, L. ZATON, A. SALAZAR, « Sizing vertical cracks using burst vibrothermography ». NDT & E Int. 84, 36-46 (2016).
2. R. CELORRIO, A. MENDIOROZ, A. SALAZAR. « Characterization of vertical buried defects using lock-in vibrothermography: I. Direct problem ». In Meas. Sci. Technol. 24, 065601 (2013).
3. R. CELORRIO, A. MENDIOROZ, A. SALAZAR. « Characterization of vertical buried defects using lock-in vibrothermography: II. Inverse problem ». In Meas. Sci. Technol. 24, 065602 (2013).

Développement d'un dispositif de spectroscopie vibrationnelle pour le Contrôle Non Destructif d'explants de peau

Alice Lemarquand[(1)], Fabio Stefani[(1)], Philippe Leproux[(2)], Nicolas Wilkie-Chancellier[(1)], Jean-Yves Le Huérou[(1)], Stéphane Serfaty[(1)]

(1) Laboratoire SATIE, Université de Cergy-Pontoise
5 mail Gay-Lussac, 95000 Neuville-sur-Oise
(2) Laboratoire XLIM, Faculté des Sciences et Techniques,
123 avenue Albert Thomas, 87060 Limoges Cedex, France

1. Introduction

La compréhension de la physiologie de la peau, de ses pathologies et de son interaction avec des produits, est fondamentale pour la recherche en dermatologie et en cosmétique. Du fait de la règlementation interdisant les essais sur animaux, il existe un besoin de pouvoir étudier la peau de manière non invasive, dynamique et *ex vivo*, notamment pour vérifier l'effet et l'innocuité de nouveaux produits. Basée sur la diffusion inélastique de la lumière, la spectroscopie Raman est couramment utilisée pour la caractérisation cutanée [1]. Elle nécessite cependant de longues acquisitions, peu adaptées pour l'étude du vivant. Ce travail vise à mettre au point un banc de mesure optique pour explorer le potentiel d'une technique alternative prometteuse: la spectroscopie Raman cohérente Anti-Stokes (CARS).

2. Caractérisation cutanée par spectroscopie vibrationnelle

Par rapport aux autres techniques optiques, la spectroscopie Raman présente l'avantage de permettre l'identification des vibrations moléculaires, de manière non destructive et sans préparation de l'échantillon. Elle consiste à exciter l'échantillon avec un faisceau laser, puis analyser spectralement le faisceau réémis. Ce dernier présente des décalages énergétiques par rapport au faisceau incident, qui correspondent aux transitions vibratoires des liaisons chimiques présentes dans l'échantillon. Le spectre alors reconstitué représente une signature chimique, rendant compte des groupes fonctionnels et des conformations moléculaires. L'eau signant peu en Raman, cette technique est plus adaptée que la spectroscopie infra-rouge pour l'étude d'échantillons biologiques. Couplée à la microscopie confocale, elle permet d'obtenir une image résolue et chimiquement spécifique sans nécessiter de marquage [2]. Dans le cadre de l'étude de la peau, la spectroscopie Raman donne accès à des informations sur la structure des protéines et la conformation des lipides. Il est possible de mesurer des profils de concentration de molécules intrinsèques ou extrinsèques [3]. Un dispositif commercial Raman *in vivo* permet également d'estimer l'épaisseur de la couche cornée et une estimation de l'hydratation [4]. Enfin, des recherches utilisant cette technique sont également menées en diagnostic cancéreux [5].

Faisant intervenir un mélange à quatre ondes, la spectroscopie Raman Cohérent Anti-Stokes (CARS) présente un rendement photonique plus intéressant que la spectroscopie Raman. Elle nécessite toutefois un montage plus complexe avec une excitation de l'échantillon par 2 faisceaux laser cohérents, choisis de telle sorte que la différence énergétique entre les deux, corresponde à la vibration moléculaire sondée. De par la condition d'accord de phase des faisceaux, de meilleures résolutions spatiales peuvent être atteintes sans requérir de système confocal. Le CARS a déjà permis d'imager les lipides de la peau, mais une seule énergie vibrationnelle était alors sondée [6].

3. Montage instrumental

Une première version de banc optique permet de mesurer à la fois des spectres Raman et CARS. L'acquisition de spectres de 400 et 4000 cm^{-1} étant ciblée, il s'agit d'une version large bande du dispositif CARS qui est réalisée, grâce à une fibre supercontinium. Des mesures préliminaires ont été réalisées avec la source choisie sur des échantillons de peau congelée.

Le microscope est équipé d'un platine motorisée pour pouvoir réaliser des images spectrales. Suite au choix des composants, à leur alignement optique, et à la synchronisation des faisceaux, de premières mesures ont été réalisées sur des échantillons de référence tels que le silicium. Le montage

sera ensuite optimisé pour des mesures sur de la peau, la finalité consistant en un Contrôle Non Destructif des explants de peau maintenus en survie pour étudier la desquamation ou l'application topique de crèmes.

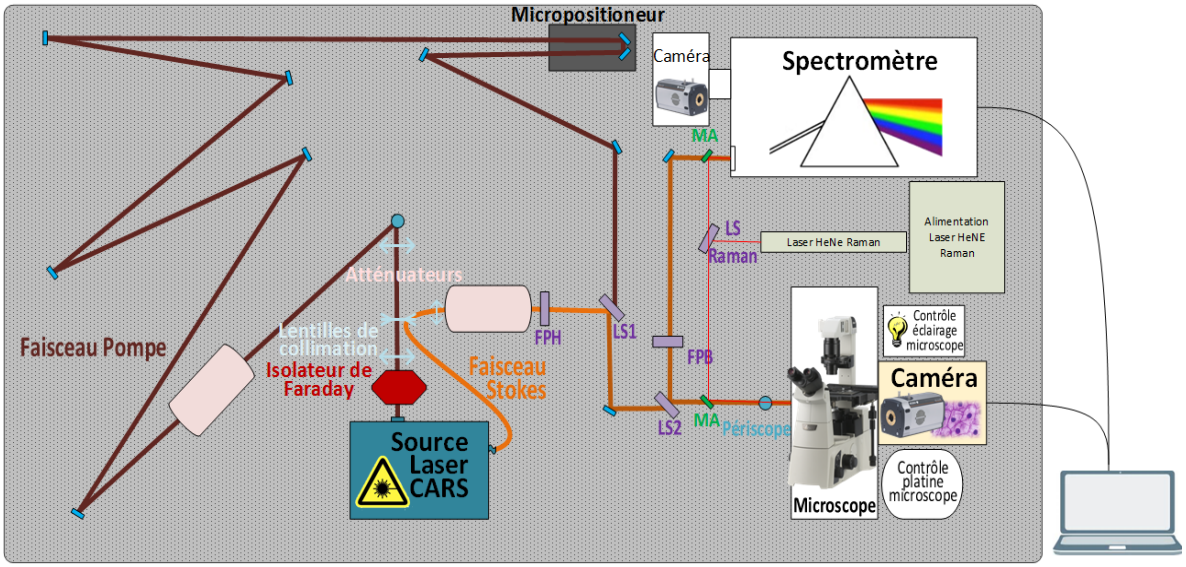


Figure 1. Banc de mesure optique de spectroscopie Raman et CARS
LS : lame séparatrice, FPH : filtre passe-haut, FPB : filtre passe-bas, MA : miroir amovible

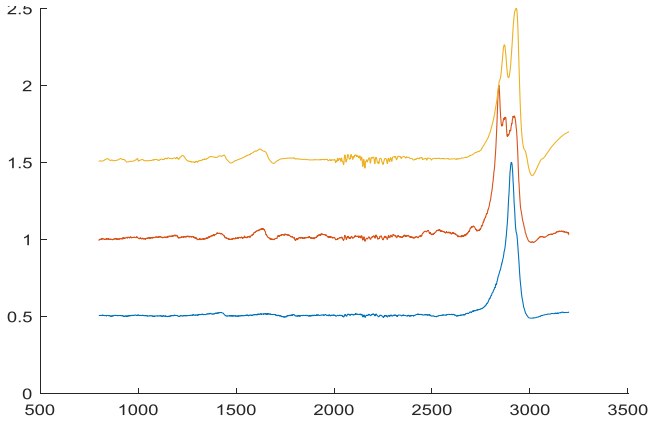


Figure 2. Tests préliminaires de mesures CARS sur des échantillons de peau congelée
Abscisse : nombre d'onde en cm^{-1}, ordonnées : intensité lumineuse

4. Références

[1] L. Franzen and M. Windbergs, "Applications of Raman spectroscopy in skin research - From skin physiology and diagnosis up to risk assessment and dermal drug delivery," *Advanced Drug Delivery Reviews*. 2015.

[2] Z. Movasaghi, S. Rehman, and I. U. Rehman, "Raman spectroscopy of biological tissues," *Applied Spectroscopy Reviews*, vol. 42, no. 5. pp. 493–541, 2007.

[3] A. Tfayli, O. Piot, F. Pitre, and M. Manfait, "Follow-up of drug permeation through excised human skin with confocal Raman microspectroscopy," *Eur. Biophys. J.*, 2007.

[4] L. Binder, S. SheikhRezaei, A. Baierl, L. Gruber, M. Wolzt, and C. Valenta, "Confocal Raman spectroscopy: In vivo measurement of physiological skin parameters – A pilot study," *J. Dermatol. Sci.*, 2017.

[5] J. Zhao, H. Lui, S. Kalia, and H. Zeng, "Real-time Raman spectroscopy for automatic in vivo skin cancer detection: an independent validation," *Anal. Bioanal. Chem.*, 2015.

[6] H. G. Breunig *et al.*, "Combined in vivo multiphoton and CARS imaging of healthy and disease-affected human skin," *Microsc. Res. Tech.*, 2012.

Modélisation multiphyque DPSM, application à la mécanique des fluides.

Dominique Placko[(1)], Jean-Pierre Barbot[(1)], Alain Rivollet[(1)], Serge Gourlaouen[(1)(2)]

[(1)]Laboratoire SATIE, UMR8029 CNRS/ENS Paris-Saclay, 94235 Cachan.
[(2)]FTSC, Flight Training Solutions Consulting, 93160 Noisy le Grand

1 Introduction

Les logiciels de simulation numérique sont devenus des outils incontournables dans quasiment tous les domaines de la physique. En instrumentation, le recours à des outils de simulation s'effectue à différents stades. En amont, ils permettent la recherche de technologie et de géométrie de capteur optimales, puis de choisir les meilleures stratégies de placements respectifs des capteurs. En aval, les outils de simulation sont de formidables outils d'investigation pour déterminer les influences respectives des grandeurs physiques mises en jeu : pression, température, vitesse d'écoulement, *etc*. Ils apportent ainsi une aide à la compréhension des phénomènes observés.

Si la finalité de toutes les méthodes de simulation numérique est la résolution de systèmes d'équations, généralement issues de la physique, les stratégies de résolution diffèrent. La méthode des « éléments finis » se base sur un maillage de l'espace plus ou moins dense et sur une résolution itérative du système d'équations qui en résulte. L'existence de fortes discontinuités dans le problème physique étudié, notamment aux frontières, peut rendre cette technique très coûteuse à la fois en terme de ressource informatique qu'en temps de calcul. La « méthode des éléments finis de frontière » permet de gérer différement ces discontinuités, conduisant à des résolutions numériques de complexité moindre. La méthode DPSM s'inscrit dans cette seconde stratégie.

La méthode DPSM [PK07] est une méthode semi-analytique mettant en œuvre les fonctions de Green, solutions du problème étudié, et basée sur l'utilisation de sources ponctuelles : DPSM signifiant *Distributed Point Source Method*. Initialement développée pour simuler l'évolution de grandeurs physiques dans des domaines aussi variés que les ultra-sons, la magnétostatique, l'électrostatique et l'electromagnétisme, la méthode DPSM a trouvé naturellement un nouveau champ applicatif en mécanique des fluides [PRBG16]. En effet, et moyennant certaines hypothèses simplificatrices, les équations régissant les évolutions de pression et de vitesse d'écoulement d'un fluide sont très voisines dans leur résolution de celles issues des équations de Maxwell. La méthode DPSM permet une résolution non itérative et en trois dimensions des problèmes simulés.

La contribution finale sera organisée de la manière suivante : la première partie présentera le principe de fonctionnement de la méthode de simulation multi-physique DPSM. La deuxième section présentera les systèmes d'équations à résoudre en mécanique des fluides, en ponctuant cette présentation d'analogies avec la résolution de problèmes en électrostatique ou magnétisme. La troisième section présentera une mise en œuvre originale de ces calculs permettant d'estimer les écoulements et forces résultantes appliquées sur un solide dans un écoulement de fluide. La dernière partie conclura par une discussion relative aux résultats obtenus et établira des perspectives.

2 La modélisation DPSM

A l'instar du principe de Huygens, la méthode DPSM est une méthode qui, à partir de la solution pour une source et de conditions aux limites imposées sur les interfaces du problème, permet de calculer les grandeurs d'intérêt dans tout l'espace considéré.

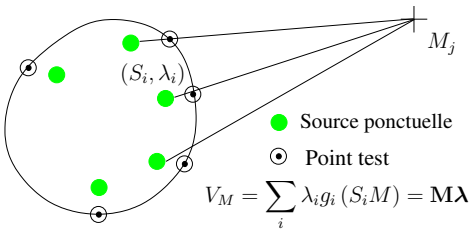


FIGURE 1 – Principe des sources et points tests en DPSM

La résolution du système résultant s'opère en trois étapes. Dans un premier temps, les surfaces actives sont discrétisées en remplaçant chaque élément de surface active par un point test imposant des conditions aux limites, et une source équivalente reculée par rapport à l'élément de surface et portant la solution connue des équations de Green $g(.)$ du problème à un facteur λ près (voir figure 1). Dans un deuxième temps, les couplages entre les sources et les points tests sont exprimés sous forme d'une matrice $\mathbf{M}$. L'inversion matricelle de $\mathbf{M}$ permet d'accéder aux valeurs de λ de chacune des sources. Par unicité de la solution, ces valeurs de λ_i ne dépendant que de la source S_i et non du point de l'espace sur lequel on souhaite effetuer le calcul, la troisième étape consiste alors à estimer la grandeur d'intérêt à partir des contributions respectives de chacun des points sources pondérées par λ.

3 DPSM appliquée à la mécanique des fluides

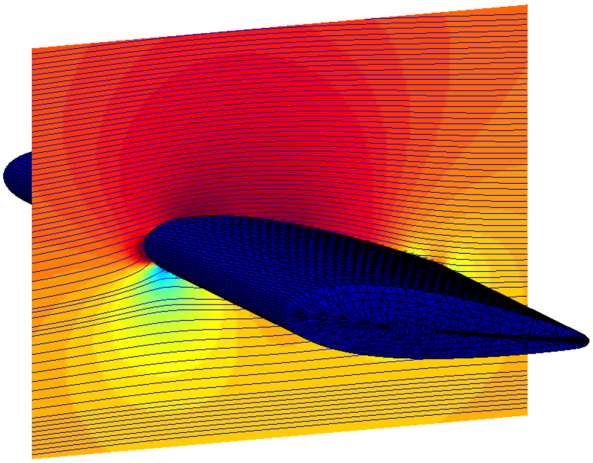


FIGURE 2 – Simulation DPSM des lignes d'écoulement et de la vitesse du fluide autour d'une aile d'avion (profil NACA 4424) pour une incidence de 10 degrés.

En mécanique des fluides, l'écoulement d'un fluide newtonien soumis à la gravitation $\vec{g}$ est régi par les équations de Navier et Stokes. En supposant le fluide incompressible, on retrouve de très fortes analogies entre la résolution des équations de Navier-Stokes et les équations de Maxwell [Mar98]. Ainsi, en se basant sur le théorème d'Helmotz-Hodge[GD07], la contribution de chacune des sources (figure 1) pourra être décomposée en la somme d'un terme scalaire et d'un terme rotationnel, à l'instar de la force de Laplace $\vec{F} = q\vec{E} + q\vec{v} \wedge \vec{B}$ qui s'exerce sur un conducteur dont les charges q se déplacent à la vitesse $\vec{v}$ et sont soumises à un champ électrique $\vec{E}$ (force scalaire) et un champ magnétique $\vec{B}$ (force rotationnelle).

Basé sur un calcul original et totalement différent dans son principe de celui présenté dans [PRBG16] et [PGRB17], nous présenterons dans l'article final comment il

est possible de modéliser, puis simuler l'écoulement d'un fluide autour d'une structure telle qu'un avion (voir figure 2), une éolienne, une hydrolienne, une pale d'hélicoptère, *etc*.

Références

[GD07] Y. F. Gui and W. B. Dou. A rigourous and completed statement on Helmholtz theorem. *Progress In Electromagnetics Research*, 69 :287–304, 2007.

[Mar98] Haralambos Marmanis. Analogy between the Navier-Stokes equations and Maxwell's equations : Application to turbulence. 10 :1428–1437, 06 1998.

[PGRB17] D. Placko, S. Gourlaouen, A. Rivollet, and J.-P. Barbot. Méthode de modélisation en mécanique des fluides via le procédé DPSM : Analyse de l'interaction entre objets – Illustration de l'effet de sol. Conférence invitée, Séminaire DGAC, Paris, 2017.

[PK07] D. Placko and T. Kundu. *DPSM for modeling engineering problems*. Wiley-Interscience, 2007.

[PRBG16] D. Placko, A. Rivollet, T. Bore, and S. Gourlaouen. Extension de la méthode de modélisation multi-physique DPSM à l'analyse d'écoulements fluidiques, par exploitation des analogies avec les domaines de l'électromagnétisme et des ultrasons. In *7ème Colloque Interdisciplinaire en Instrumentation (C2I'2016)*, Saint-Nazaire, France, January 2016.

Mesures par Imagerie de Résonance Magnétique en sciences pour l'ingénieur

Jean-Christophe Perrin, Sébastien Leclerc, Maude Ferrari, Christian Moyne, Didier Stemmelen.

Université de Lorraine, CNRS, LEMTA, F-54000 Nancy, France

Le champ d'application du phénomène de Résonance Magnétique Nucléaire est vaste : la RMN est utilisée couramment comme méthode spectroscopique d'analyse en chimie, pour la résolution de structures d'échantillons solides et biologiques ou encore, plus récemment, pour des études métaboliques. Le grand public connaît l'existence de la RMN par les images anatomiques et fonctionnelles dans le domaine médical. Si ces méthodes ont conquis une grande variété d'utilisateurs, c'est parce qu'elles donnent accès à des paramètres à la fois à l'échelle moléculaire et macroscopique et qu'elles permettent de suivre des phénomènes dans le temps. L'imagerie par résonance magnétique (IRM) permet notamment d'accéder aux hétérogénéités structurales à l'échelle de quelques centaines de microns, aux cartographies de concentration, de vitesse, voire de température.

Dans cet exposé nous introduirons les méthodes de base permettant d'accéder à ces informations dans des systèmes qui relèvent du domaine des sciences pour l'ingénieur. Nous montrerons en détail comment les techniques d'IRM ont été adaptées et implémentées au laboratoire pour des études variées telles que le transport en milieux poreux, la caractérisation de roches [1], la rhéologie de fluides complexes [2] ou le transport d'eau dans des membranes polymères [3-4] (Cf. Figure 1). Nous détaillerons également l'instrumentation spécifique qui a été développées pour ces études, notamment les bobines radio-fréquences.

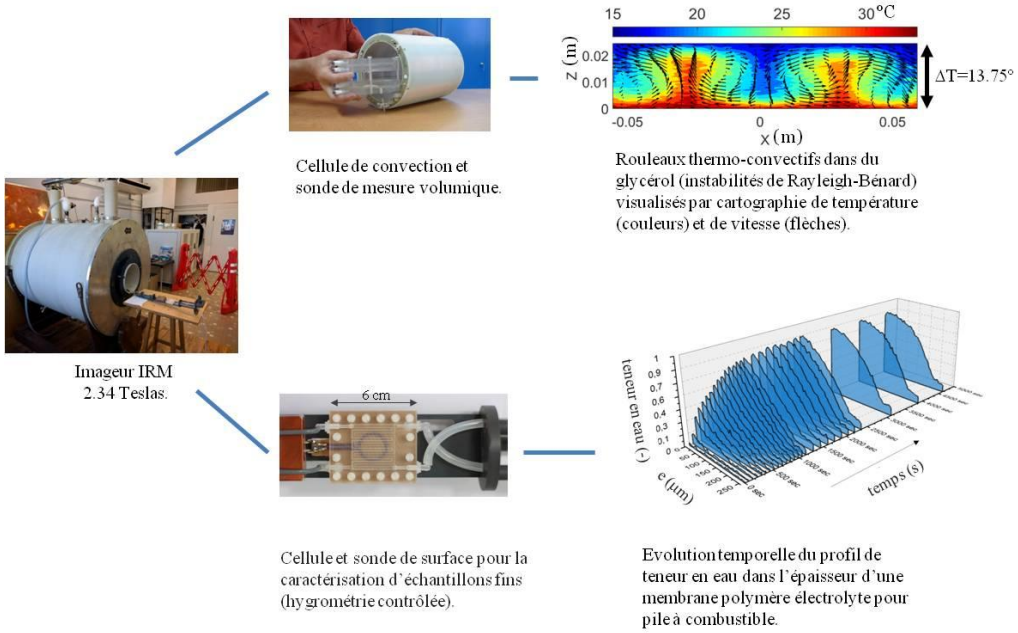


Figure 1. Exemples de mesures possibles par IRM. En haut : carte de vitesse et de température dans un fluide. En bas : profil de concentration à travers une membrane utilisée en pile à combustible.

Références

1. C. Bossenec, Y. Géraud, I. Moretti, L. Mattioni, D. Stemmelen, "Pore network properties of sandstones in a fault damage zone", *Journal of Structural Geology*, Vol. 110, pp. 24-44 (2018).
2. M. Darbouli, C. Métivier, S. Leclerc, C. Nouar, M. Bouteera, D. Stemmelen, « Natural convection in shear-thinning fluids : Experimental investigations by MRI » *Int. J. Heat Mass Transfer*, Vol. 95, pp. 742-754 (2016).

3. M. Klein, J.-C. Perrin, S. Leclerc, L. Guendouz, J. Dillet, O. Lottin, “Spatially and Temporally Resolved Measurement of Water Distribution in Nafion Using NMR Imaging” *ECS Transactions*, Vol. 58 N°1, pp 283-289 (2013).
4. M. Robert, A. El Kaddouri, J.-C. Perrin, S. Leclerc, O. Lottin, “Towards a NMR-based method for characterizing the degradation of Nafion XL membranes for PEMFC” Journal of the Electrochemical Society, Vol. 165 N°6 pp. F3219-F3216 (2018).

Caractérisation électromagnétique en bandes L et S du béton de chanvre

Mehdi Ferhat[(1)], Fares Bennai[(2,4)], Badreddine Ratni[(3)], Eric Vourc'h[(1)], Kamilia Abahri[(2)], Françoise Schmitt[(1)], Franck Daout[(1)]

(1) SATIE, UMR CNRS 8029, ENS Paris-Saclay, Université Paris-Saclay
61 Avenue du président Wilson, 94230 Cachan, France
(2) LMT, UMR CNRS 8535, ENS Paris-Saclay, Université Paris-Saclay
61 Avenue du président Wilson, 94230 Cachan, France
(3) LEME, EA 4416, Université Paris Ouest
50 Rue de Sèvres, 92410 Ville d'Avray
(4) LaSIE, UMR CNRS 7356, Université de La Rochelle
Avenue Michel Crépeau, 17042 La Rochelle Cedex, France

1. Introduction

Les matériaux bio-sourcés (i.e. à base de fibres végétales) tels que les bétons de chanvre, de bois, de lin, ainsi que ceux à base de matériaux de récupération (papier, pneus…) ont vocation, de par leurs propriétés, à jouer un rôle dans l'isolation thermique et la régulation hydrique des futurs bâtiments. Leur utilisation s'inscrit dans une optique d'efficacité énergétique des bâtiments tout en respectant le cycle d'une économie circulaire grâce aux matériaux recyclés.

La caractérisation hydrique et thermique (HT) de ces matériaux poreux est nécessaire du point de vue fonctionnel. Elle demande de développer des méthodes d'instrumentation adaptées, sensibles à leurs paramètres HT**.** Les méthodes électromagnétiques basées sur des mesures diélectriques constituent de bonnes candidates : la méthode TDR (*Time Domain Reflectometry*) [1] en est une, mais elle est invasive et inadaptée lorsque les matériaux sont dispersifs. Dans cet article nous proposons une approche électromagnétique large bande utilisant des guides d'ondes en vue du développement de méthodes non invasives. Toutefois, les travaux présentés se focalisent sur des mesures en laboratoire. Quant au matériau, nous nous bornons au béton de chanvre. La section 2 en décrit les caractéristiques et propriétés ainsi que la façon dont est réalisé son conditionnement hydrique préalablement à sa caractérisation diélectrique. La section 3 présente l'approche expérimentale de spectroscopie, laquelle repose sur des mesures en transmission et réflexion au moyen d'une cellule rectangulaire opérant en les bandes L et S entre 1.7 GHz et 2.6 GHz. La section 4 présente les spectres diélectriques mesurés pour des échantillons présentant deux teneurs en eau différentes. La section 5 est une conclusion.

2. Béton de chanvre et conditionnement hydrique des échantillons

Le béton de chanvre (figure 1a) est un matériau d'éco-construction composé d'un liant à base de chaux, d'eau et de chènevotte, élément extrait du chanvre dont il désigne la partie rigide de la tige. Ce béton très poreux est capable de réguler l'humidité à l'intérieur d'un bâtiment, par absorption et restitution de celle-ci [2,3]. Quantifier les phénomènes d'adsorption d'eau dans ce matériau est utile afin notamment d'en prédire correctement le comportement hydrique et de mieux évaluer sa durabilité. L'eau, dont la partie réelle de la permittivité diélectrique est de l'ordre de 81 (jusqu'à 10 GHz et à 20°C) vient remplir les porosités du matériau, se substituant à l'air dont la permittivité diélectrique est unitaire. De ce fait, mesurer la permittivité diélectrique relative ε_r^* apparait comme un moyen pertinent pour accéder aux caractéristiques hydriques de ces matériaux.

Dans cette étude nous présentons la caractérisation diélectrique d'échantillons de béton de chanvre conditionnés à deux humidités relatives *HR* de 50 et 74 % [2]. Ces mesures s'inscrivent dans un cycle plus complet visant à caractériser les propriétés diélectriques de ce matériau en fonction de l'humidité en vue de développer des méthodes de caractérisation non invasives. Le conditionnement d'échantillons a été réalisé dans des dessiccateurs moyennant l'utilisation de solutions salines spécifiques garantissant le degré *HR* voulu, mesuré avec un hygromètre. On suit la variation de masse de l'échantillon ainsi conditionné jusqu'à ce qu'elle devienne inférieure à 0.1%. On peut alors considérer que l'équilibre est atteint et que la teneur en eau θ [kg/kg] est bien celle estimée grâce à des courbes de références des isothermes de sorption-désorption du matériau.

3. Approche expérimentale

Du point de vue expérimental, la spectroscopie diélectrique peut être mise en œuvre soit par des mesures en réflexion et en transmission (mesure de propagation) au moyen de cellules contenant l'échantillon à caractériser [4], soit par des mesures de réflectométrie, reposant sur une sonde ou un capteur opérant en réflexion. Ici nous ne considérons que le premier type d'approche (Figure 1). Le banc de mesure est composé d'un analyseur de réseau vectoriel, d'un porte échantillon contenant le matériau à caractériser, ainsi que de deux transitions guide rectangulaire/coaxial WR430 garantissant une propagation monomode des ondes électromagnétiques dans la bande 1.7 — 2.6 GHz. Le tableau 1 précise les conditions de mesure. L'intérêt de cette approche réside dans le fait qu'il existe des méthodes analytiques permettant de calculer ε_r^* à partir des paramètres *S* mesurés (coefficients de réflexion et de transmission), comme par exemple la méthode NRW (Nicholson, Ross et Wagner) [5].

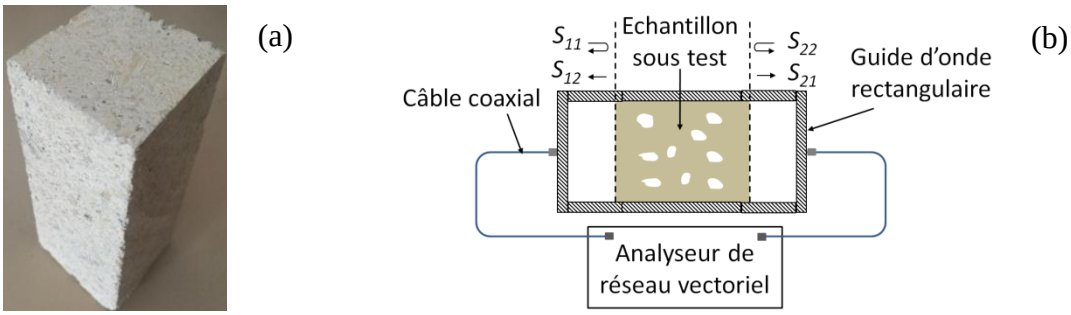


Figure 1. Echantillon de béton de chanvre (a) ; Schéma du banc de caractérisation diélectrique en transmission/réflexion (b).

Modèle de l'analyseur	R&S ZVB20 ou ZVB8
Fréquence de coupure basse (GHz)	1.372
Bande de fréquence (GHz)	1.72 – 2.61
Nombre de points de mesure	200
Puissance RF (dBm)	0
Calibrage	Thru – Reflect – Line (TRL)
Epaisseur de l'échantillon (mm)	50
Longueur du porte échantillon (mm)	50

Tableau 1. Caractéristiques du banc expérimental

4. Mesures et interprétation

La figure 2 représente le spectre diélectrique d'échantillons de béton de chanvre à des humidités relatives *HR* de 50% et de 74%, ainsi que celui d'un matériau de référence, le PTFE. Les parties réelle et imaginaire de ε_r^* mesurées pour le PTFE, à savoir respectivement $\cong 2$ et 10^{-3} correspondent aux valeurs typiques de ce matériau, ce qui constitue une validation de la méthode de mesure. La résonance constatée aux alentours de 2.4 GHz correspond au fait qu'à cette fréquence la longueur de l'échantillon est égale à une demi-longueur d'onde guidée. Le tableau 2 donne les valeurs moyennes et les ondulations des parties réelle et imaginaire de ε_r^*. En ce qui concerne le béton de chanvre, on observe que la partie réelle de ε_r^* augmente avec *HR* et donc avec θ, tandis que les ondulations demeurent relativement faibles. Les ondulations que l'on peut observer sur la courbe correspondant à *HR* = 50% proviennent probablement d'un problème de serrage de la connectique. Les spectres diélectriques du béton de chanvre aux différentes *HR* mettent en évidence une dépendance de ε_r^* à la fréquence. Ce phénomène de dispersion implique qu'une étude de sensibilité sera nécessaire lors de la conception de capteurs de contrôle non destructif (CND) : il s'agira de déterminer les fréquences auxquelles les variations des signaux en fonction des propriétés hydriques des matériaux sont les plus importantes.

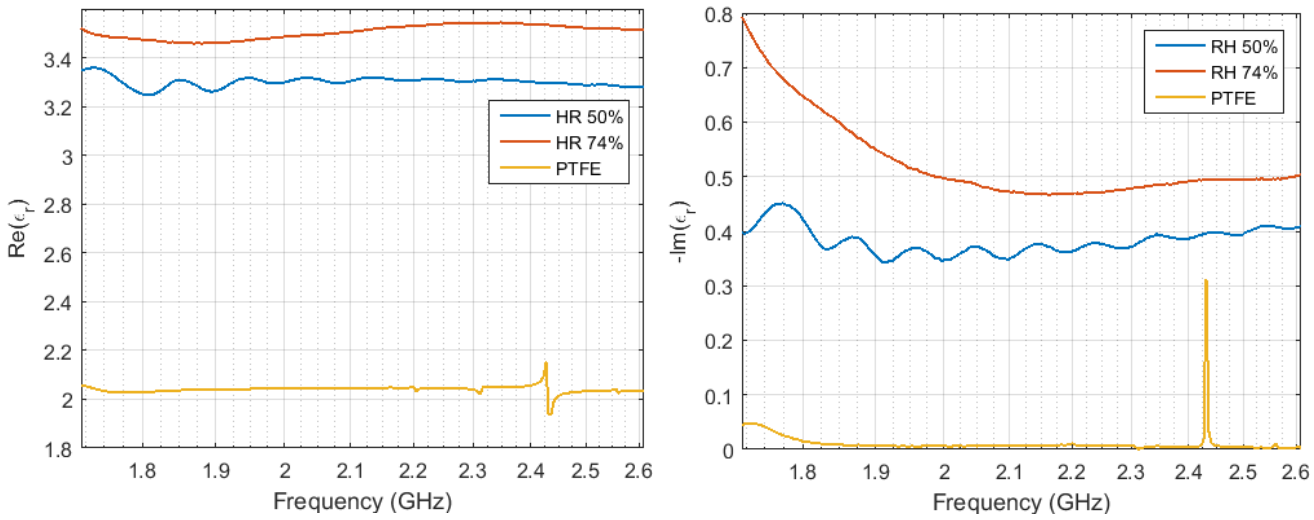


Figure 2. Spectre diélectrique d'échantillons de béton de chanvre à des humidités relatives de 50 % et de 74 % et spectre diélectrique du PTFE.

	< Re(ε_r^*) >	Δ_{max} Re(ε_r^*)	< -Im(ε_r^*) >	Δ_{max} -Im(ε_r^*)
HR 50%	3.30	0.11	0.38	0.11
HR 74%	3.51	0.09	0.52	0.32
PTFE	2.04	0.05	0.01	0.04

Tableau 2. Moyennes et variations des parties réelle et imaginaire de la permittivité des matériaux sous test.

5. Conclusion

Nous avons proposé une méthode de caractérisation hydrique de bétons à base de fibres végétales reposant sur la mesure des paramètres *S* d'une cellule de transmission rectangulaire opérant dans la bande 1,7 — 2,6 GHz et sur un calcul analytique de la permittivité diélectrique des échantillons sous test. Les résultats obtenus sur des bétons de chanvre présentant deux humidités relatives différentes ont permis de constater la sensibilité de la méthode aux caractéristiques hydriques de ce matériau hygroscopique et d'autre part le caractère dispersif de celui-ci. Par la suite on soumettra l'échantillon à d'autres humidités relatives afin de parcourir son cycle de sorption-désorption complet [2]. Ceci en vue de développer des méthodes de caractérisation hydrique de béton de chanvre reposant sur des capteurs opérant en réflexion.

6. Références

1. J. M. WRAITH, D. OR, S. B. JONES, « Time domain reflectometry measurement principles and applications », Hydrological Processes, Vol. 16, pp 141-153 (2002)
2. F. BENNAI, N. ISSAADI, K. ABAHRI, R. BELARBI, A. TAHAKOURT, « Experimental characterization of thermal and hygric properties of hemp concrete with consideration of the material age evolution », Heat Mass Transfer, Vol. 54, pp 1189-1197 (2018).
3. M. RAHIM, O. DOUZANE, A. TRAN LE, G. PROMIS, B. LAIDOUDI, A. CRIGNY, B. DUPRE, T. LANGLET, «Characterization of flax lime and hemp lime concretes: Hygric properties and moisture buffer capacity», Energy and Buildings, Vol. 88, pp 91-99 (2015).
4. K. LAUER, N.WAGNER, P. FELIX-HENNINGSEN, « A new technique for measuring broadband dielectric spectra of undisturbed soil samples », European Journal of Soil Science, Vol.63, pp 224-238 (2012).
5. A. M. NICOLSON, G. F. ROSS, « Measurement of the intrinsic properties of materials by time-domain », IEEE transactions on Instrumentation and Measurement, Vol. 19, No. 4, pp 377-382 (1970)

Operational modal identification and finite element modeling for structural health monitoring of wood-based structures

Seif Eddine Hamdi, Zoubir Mehdi Sbartai, Sidi mohammed Elachachi [(1)]

Institut de Mécanique et Ingénierie, Université de Bordeaux
351 cours de la libération, 33405 Talence Cedex, France
(1) Institut de Mécanique et Ingénierie, Université de Bordeaux
351 cours de la libération, 33405 Talence Cedex, France

1. Introduction

Currently, worldwide and particularly in Europe, industries show an increasing interest in wood-based structures. Economic and environmental contexts have enabled the emergence of new markets for green constructions so far confined to steel and concrete based structures. Improving the mechanical properties of wood-based materials would offer many advantages, including lower cost and environmental impact [1]. The benefits may also include energy savings, resource renewability, reducing the content of raw fossil materials, and recycling. However, wood materials present drawbacks compared with conventional civil engineering structures as steel and concrete, such as thermal and hydric sensitivity and multi-feature heterogeneity. The full potential of wood-based materials has still not been completely exploited because the relationships between fracture parameters at the microscale and macroscale behavior remain poorly described or integrated.

The investigation of forced vibration responses enables the dynamic structural behaviour assessment trough Operational Modal Analysis (OMA) techniques. Pintelon et al. [2] proposed a system identification approach to extract frequency dependent elastic modulus of a homogeneous-isotropic material from forced transverse and longitudinal vibrational experiments on a beam under free-free boundary condition. Larsson [3] used beam theory to determine Young's and shear modulus of composite materials with a high degree of anisotropy by measuring the natural frequencies of the beam. This study deals with a set of recordings of damaged and no visible defects maritime pine (Pinus pinaster) beams. The main goal is to present a comprehensive approach of the full- scale forced vibration test, modal analysis and finite element modeling of a simulated standing tree. Signals acquired using accelerometers are compared in different frequencies ranges. Least-Squares Complex Exponential Method (LSCE) and the Least Squares Complex Frequency (LSCF) are used for time-series signal analysis. The extracted dynamic parameters (natural frequencies, mode shapes and damping) are analyzed for damage identification. The obtained results are then compared to those provided by a Finite Element Model (FEM).

2. Experimental setup and Young's modulus extraction procedure for modal analysis

The wooden beam was discretized into a finite number of elements for operational modal testing. Attention was paid in selecting and orienting the transducer such that it was not mounted at or close to a node of any structural mode of interest. Clamped-free boundary condition was selected in the test as the operating conditions. Figure 1 shows the experimental setup. One beam end was tightened between the clamps. Roving impact hammer is used as excitation technique. A force transducer (Dytran, U.S.A) was used for measuring the excitation forces to get the frequency response functions (FRFs). For obtaining FRFs a DJB instrument accelerometer (A/123/E), was used. Data were acquired using NI-9234, with a sampling frequency of 4056 Hz and Hanning window. FRF measurements were made at a sufficiently large number of DOFs in order to obtain accurate mode shapes.

Figure 1. Experimental setup

Modal parameters were extracted from the FRFs using the Least-Squares Complex Exponential Method (LSCE) [4]. The Euler equation of motion for transverse vibration of a beam is given as [5]:

$$\frac{d^2}{dx^2}\left(EI\frac{d^2y}{dx^2}\right) - \rho\omega^2 y = 0$$

The term y is the transverse vibration of the beam, x is the distance along the beam from the fixed end, E is the Young's modulus, I is the moment of inertia of the cross section about the axis of the beam and ρ is the mass per unit length of the beam. The natural frequencies of vibration can be written as:

$$\omega_n = (\beta_n l)^2 \sqrt{\frac{EI}{\rho l^4}}$$

β_n depends on the boundary conditions of the problem. The values of β_n for fixed-free boundary condition are given in the literature [5]. Thus E was calculated knowing all other quantities.

3. Preliminary results

Figure 2(a) shows the analytical mode shapes for the simulated rectangular beam. Figure 2(b) shows the experimental normalized mode shapes for the wooden beam. Results from experimental and FE modal analysis are compared and elastic modulus and structural damping ratios were got through experimental modal analysis. Figures 2(a) and 2(b) shows a good correlation between experiment and numerical analysis.

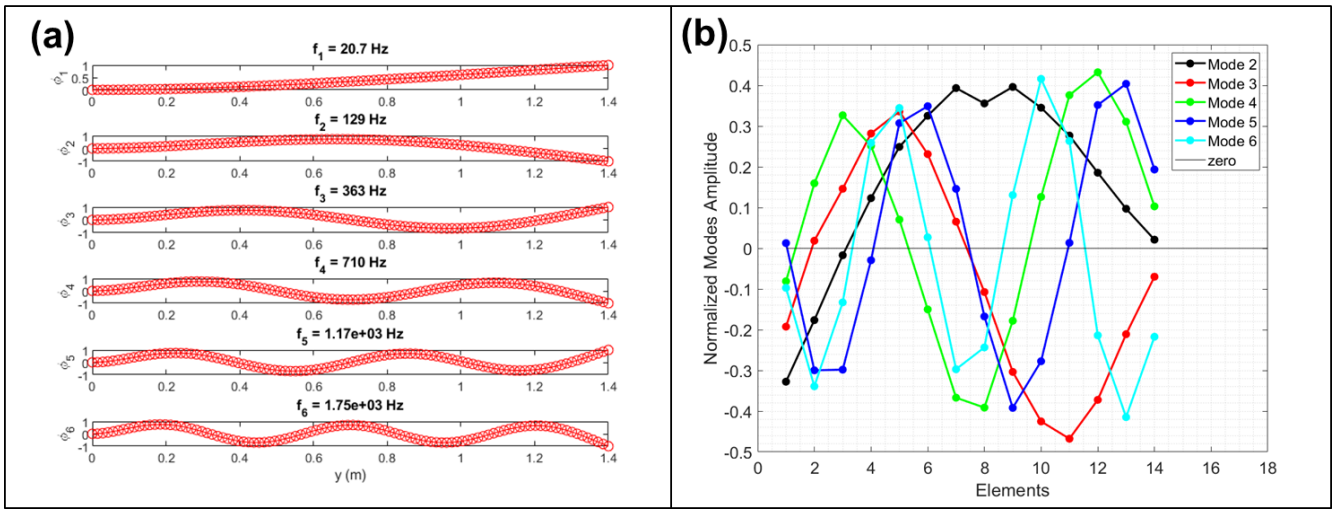


Figure 2. (a) FEM modes shape of clamped-free rectangular beam: Modes 1 to 6; (b) Experimental modes shape of clamped-free rectangular beam: Modes 2 to 6.

Figure 3.

4. References

1. C. NZIEENGUI, S. IKOGOU, R. MOUTOU PITTI, « Impact of cyclic compressive loading and moisture content on the mechanical behavior of Aucoumea Klaineana Pierre», Wood Material Science & Engineering, Vol. 5, N°1, pp 1-7 (2017)
2. R. PINTELLON, P. GUILLAUME, S. VANLANDUIT, K. BELDER, Y. ROLAIN, Identification of Young's modulus from broadband modal analysis experiments », International Journal of Mechanical Systems and Signal Processing, Vol. 18, pp 699-726 (2004)
3. P. LARSSON, « Determination of Young's and shear modulii from flexural vibrations of beams», Journal of Sound and Vibration, Vol. 146, N°1, pp 111-123 (1991)
4. D. EWINS, « Modal Testing: Theory and Practice», Research Studies Press Ltd., England, (2003)
5. W. THOMSON, « Theory of Vibration with Application», Pearson Education, Inc., (1998)

Estimation de résistance thermique entre cristal laser et système de refroidissement par thermographie infrarouge.

B. Gavory[1,2], J.L. Battaglia[1] ,A. Courjaud[2], A. Saci[2], A. Godin[2], M. Milla-Rodrigo[3], L. Deyra[3]

1) Laboratoire I2M, UMR 5295, Université de Bordeaux, 351, cours de la libération, 33400 Talence Cedex, France

2) Amplitude Systèmes, Cité de la Photonique, 11 Avenue de Canteranne, 33600 Pessac, France

3) Alphanov centre technologique optique et lasers, Institut d'optique, Université de Bordeaux, Rue François Mitterand, 33400 Talence, France

Dans les lasers solides à impulsion ultrabrève et à haute énergie le milieu amplificateur est un cristal dopé aux ions actifs. Dans cette étude il s'agit d'un cristal de YAG dopé aux ions Ytterbium. Le pompage optique de ce cristal par une diode laser engendre un dépôt de chaleur volumique et cause une élévation de température de celui-ci. Le cristal est contacté sur un substrat lui-même refroidi en face arrière. La qualité du contact entre le cristal et son substrat peut être modélisé par une résistance thermique dont la valeur est critique en regard de l'efficacité du refroidissement du cristal et donc des performances laser.

On propose dans cette étude une méthode d'estimation de cette résistance thermique par méthode inverse. Un modèle numérique du cristal contacté sur son substrat est alimenté par des mesures par thermographie infrarouge de la montée en température du cristal à la suite d'une excitation thermique connue. La très faible sensibilité de la réponse en température à la résistance thermique lorsque celle-ci est petite implique de maîtriser tous les paramètres de l'étude (propriétés des matériaux, puissance instantanée de la source d'excitation, etc.). Une analyse de sensibilité aux paramètres critiques et quelques résultats expérimentaux sont présentés dans des configurations différentes.

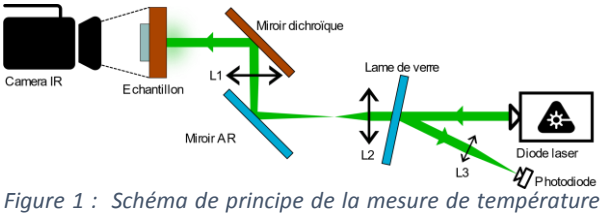


Figure 1 : Schéma de principe de la mesure de température par thermographie infrarouge

Figure 2 : Diode Limo

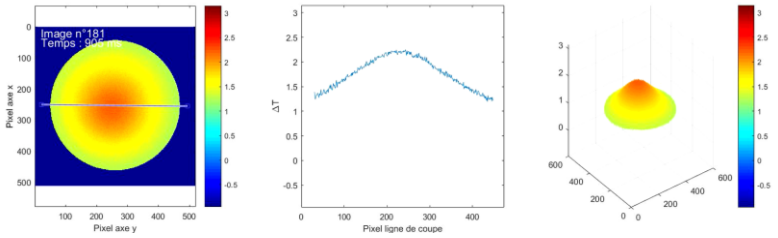


Figure 3 : Thermographe de la surface d'un cristal contacté après excitation thermique en face arrière

Petits mais puissants optiquement : les micro-capillaires de verre pour l'étude de fluides et systèmes biologiques sous conditions sévères

Patrick Bouriat, Kedi Zhou, Nelly Hobeika, Abdelhafid Touil

Anthony Ranchou-Peyruse, Daniel Broseta, Ross Brown

LFCR et IPREM, Université de Pau et des Pays de l'Adour, Ave de l'Université, 64000 Pau

1. Introduction

D'une apparente banalité et fragilité, les micro-capillaires de verre ont de fait des avantages cachés comme cellules pour l'étude de fluides complexes en conditions extrêmes. Faciles à charger par capillarité, bon marché, de section cylindrique, carrée, rectangulaire… allant du µm au mm, leur état de surface peut être contrôlé, *e.g.* par silanisation ou traitement plasma. De plus, des platines commerciales ou *ad hoc* permettent la microscopie optique multi-mode en conditions sévères de température et de pression (-150 à 500°C et ~1000 bar [1]). Nous montrons que ce sont des instruments de choix pour l'étude de fluides complexes et de systèmes biologiques à des températures et pressions peu accessibles en cellule optique conventionnelle, ouvrant une fenêtre sur les transitions de phase et propriétés volumétriques, compositionnelles et interfaciales, *etc*., de ces fluides et sur le comportement de micro-organismes extrémophiles.

Malgré la bonne tenue mécanique des micro-capillaires ronds, la réfraction et la réflexion de la lumière sur les parois sont perçus comme un frein rédhibitoire à leur emploi, ce qui explique leur usage limité jusqu'ici à la micro-spectrométrie Raman [1], par exemple pour mesurer la masse volumique et les concentrations de phases aqueuses contenant du CO_2 ou du méthane dissous et leur coefficient de diffusion dans l'eau, le gonflement d'une huile où se dissout un gaz, *etc*. Nous montrons d'autres potentialités, qui découlent des propriétés de réfraction et réflexion de la lumière sur les parois externe et interne du capillaire, contrôlées par les épaisseurs et les indices de réfraction du verre et des fluides : détermination du diamètre vrai, mise en évidence de micro-films mouillants se propageant sur les parois, détermination de l'indice de réfraction en conditions extrêmes. Enfin, des micro-organismes extrémophiles (grands fonds marins, sous-sol profond) peuvent être observés en détail dans des conditions *in situ* reconstituées sous le microscope optique.

2. Mesure d'angle de contact et détection de films minces sur la paroi du capillaire.

Dans un micro-capillaire suffisamment étroit, le ménisque formé entre deux fluides est une calotte sphérique, mais apparaît déformée par la réfraction aux interfaces courbes. Nous montrons cependant comment déterminer le rayon vrai de la calotte, ce qui avec sa hauteur, détermine l'angle de contact à la paroi. Cela nous a permis d'évaluer la mouillabilité de systèmes silice/saumure/CO_2 à des pressions, températures et salinités représentatives des conditions du stockage géologique du CO_2 en aquifère et jamais atteintes jusqu'à présent [2].

De plus, la brillance de la paroi interne du capillaire est déterminée par les conditions de réflexion sur cette paroi. Elle est maximale à la réflexion totale, lorsque l'indice de réfraction du fluide en contact avec la paroi est en deçà d'une limite dépendante de l'indice de réfraction et des dimensions du capillaire, et décroît rapidement lorsque l'indice du fluide dépasse cette limite [2]. Nous montrons (figure 1) comment choisir le capillaire afin mettre en évidence des films mouillants sur la paroi interne aussi fins que la longueur de pénétration de la lumière, soit une fraction de µm dans le cas d'un hydrate de gaz (indice proche de l'eau) se propageant sur le verre sous sa phase invitée (à indice plus élevé) [2,3].

3. Mesure de l'indice de réfraction d'un fluide en conditions sévères.

Nous montrons ensuite comment exploiter quantitativement l'intensité de réflexion totale dans un capillaire pour déterminer l'indice de réfraction d'un fluide (même opaque) en conditions extrêmes. Il faut préalablement atténuer la contribution de rayons autres que ceux contribuant à la réflexion

totale, grâce à un montage d'observation en lumière polarisée, éliminant toute lumière parasite et donnant accès à des mesures à fond nul (Figure 1).

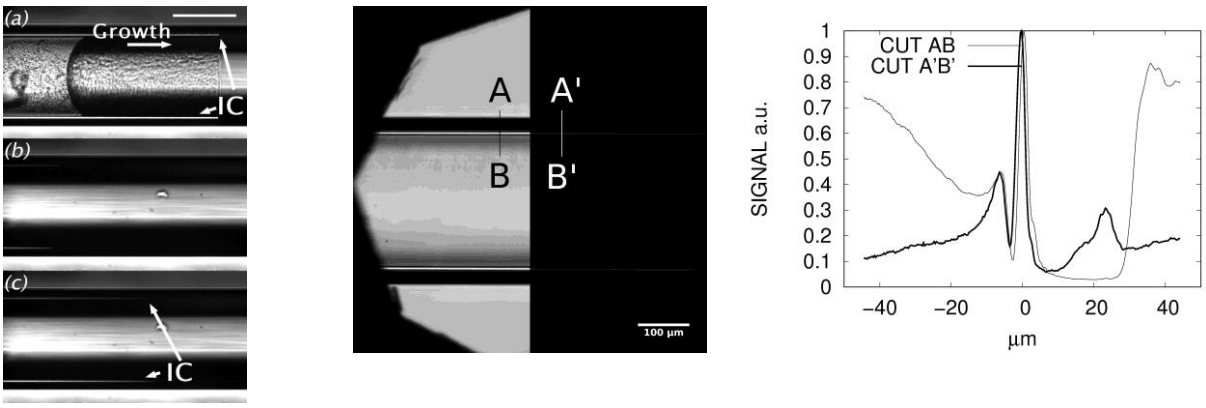


Figure 1, à gauche : mise en évidence par réflexion totale interne d'un film mince (< 1 µm) d'hydrate de gaz avançant sur la paroi d'un capillaire, par la caustique brillante (IC) à laquelle il donne lieu [2]; au milieu et à droite : atténuation des rayons autres que ceux réfléchis totalement (transmission, partie gauche de l'image) par observation entre polariseurs croisés (partie droite), rendant quantitative la relation entre intensité de la caustique et indice de réfraction du milieu.

4. Micro-organismes en conditions « réelles », à température et/ou pression élevées.

Enfin nous illustrons le potentiel des micro-capillaires comme cellules pour la micro-biologie en conditions extrêmes (même anoxiques), telles que celles de sédiments des grands fonds marins ou le sous-sol profond. Au-delà des études métaboliques réalisées en autoclave, l'emploi de micro-capillaires permet l'observation directe des micro-organismes vivants, leurs interactions avec un substrat, comme illustré ci-contre. Un autre avantage par rapport aux autoclaves est l'absence de convection dans un micro-capillaire, ce qui est plus proche des conditions réelles de milieux naturels poreux.

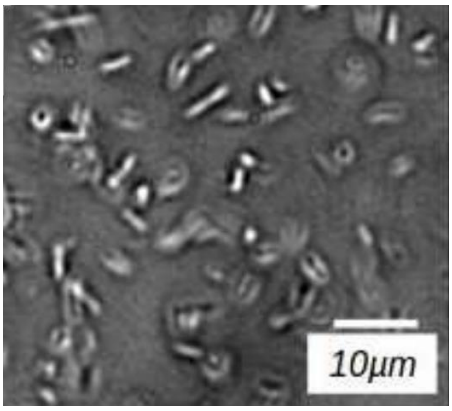


Figure 2. Image en champ clair extraite d'une video (20 images/seconde) d'une souche modèle de Pseudomonas, issue d'un site de géostockage de CO2, cultivée et observée en conditions in-situ reconstituées dans un capillaire.

5. Références

1. I-M. CHOU, Z. PAN, « Fused Silica Capillary Reactor and Its Applications », Near-critical and Supercritical Water and Their Applications for Biorefineries, edited by Z. Fang and F. Xu, Springer, pp. 157-178 (2014).
2. N. HOBEIKA, P. BOURIAT, A. TOUIL, D. BROSETA, R. BROWN, J. DUBESSY, « Help from a hindrance: Using astigmatism in round capillaries to study contact angles and wetting layers », Langmuir, Vol. 33, 5179-5187 (2017)
3. A. TOUIL, D. BROSETA, N. HOBEIKA, R. BROWN, « Roles of Wettability and Supercooling in the Spreading of Cyclopentane Hydrate over a Substrate », Langmuir, Vol. 33, pp 10965-10977 (2017).

Microscopie acoustique non-linéaire

M. ESSABBAR [(1,2)] , G. DESPAUX [(1,2)] , E. LE CLEZIO [(1,2)]

(1) Université de Montpellier, IES UMR 5214, F-34000 Montpellier, France
(2) CNRS, IES UMR 5214, F-34000 Montpellier, France

1. **Introduction**

La microscopie acoustique est une technique d'imagerie haute résolution des propriétés mécaniques des matériaux. Appliquée à la caractérisation ou au contrôle de matériaux biologiques ou industriels, elle permet, entre autres, d'identifier, à l'échelle micronique, des hétérogénéités internes de matériaux complexes (muscles, os, composants microélectroniques, alliages métallurgiques complexes, combustible nucléaire). Une des méthodes d'amélioration de la résolution du microscope ultrasonore est l'exploitation des effets de propagation non-linéaires générés dans la zone focale.

L'acquisition, la caractérisation et l'exploitation du champ généré par les effets non-linéaires à la zone focale du microscope constitue ainsi la principale problématique de ce travail.

Une série de simulations sur plusieurs échantillons composés de solution eau-Méthanol à différentes concentrations a été faite afin d'évaluer les modèles mathématiques de propagation non-linéaire qui permettent l'approximation du rapport de puissance entre le champ à la fondamentale et à l'harmonique. Ensuite, un banc expérimental a été mis en place afin d'étudier la sensibilité du microscope à la non-linéarité des échantillons placés dans la zone focale.

2. **Modèles mathématiques**

Deux modèles mathématiques : théorique et expérimental pour l'approximation du rapport de puissance entre la fondamentale et l'harmonique, proposés par L. Germain, R. Jacques, et J.D.N. Cheeke[1], sont évalués par simulation puis expérimentalement, afin d'expliciter les non-linéarités générées dans l'échantillon au point focal.

2.1. **Rapport théorique de puissances**

Le rapport théorique de puissances est basé sur deux hypothèses fondamentales :

Premièrement, la génération non linéaire d'harmoniques a principalement lieu près du point focal, dans une région où, par exemple, l'intensité du faisceau diminue de moins de 3 dB par rapport à celle de la focale. Pour une lentille classique, cette région a une forme de cylindre dont la longueur est fonction de la profondeur de la lentille :

$$d_z(3dB) = 7,1\frac{c_0}{f_1}F^2$$

Et dont le diamètre est donné par :

$$d_r(3dB) = 1,02\frac{c_0}{f_1}F$$

où c_0 est la vitesse du son à la zone focale, f_1 est la fréquence fondamentale et $F = f/D$ est le nombre de la lentille où f est la focale et D est le diamètre de la cavité de la lentille.

La deuxième hypothèse est que le faisceau acoustique peut être approché par des ondes planes simples dans cette région cylindrique, de telle sorte qu'une théorie simplifiée de génération non linéaire d'harmoniques peut être utilisée.

Pour une fréquence fixe f_1, ce rapport de puissance dépend uniquement de la géométrie de la lentille (à travers F) et des paramètres de l'échantillon, principalement son paramètre non linéaire et sa vitesse de propagation ultrasonore. Pour un échantillon constant, ce rapport est indépendant de la puissance émise tant que les conditions quasi-linéaires sont respectées :

$$\frac{P_2}{P_1^2} = 194\pi \frac{\beta^2 f1^2}{\rho_0 c_0^5} F^2 exp(-7.1 \frac{c_0 F^2}{f_1}(2\alpha_1 + \alpha_2)) \quad (1)$$

où P_1 est la puissance de la fondamentale à l'entrée de la zone non linéaire, P_2 la puissance de l'harmonique à la sortie de cette zone, $\beta = 1 + B/2A$ est le paramètre non linéaire de l'échantillon et α_1 et α_2 sont les coefficients d'atténuation à la fréquence fondamentale et harmonique, respectivement.

Le paramètre F de l'équation (1) dépend de l'échantillon et de la configuration expérimentale, où l'échantillon remplit l'espace entre la lentille et le récepteur, la distance focale f varie avec la vitesse du son de l'échantillon donc le paramètre F est donné par :

$$F = \frac{r}{D}(\frac{1}{1 - \frac{c_0}{c_l}}) \quad (2)$$

où r est le rayon de la cavité de la lentille et c_0 et c_l sont la vitesse du son dans l'échantillon et la lentille, respectivement.

2.1. **Rapport expérimental de puissances**

Le rapport expérimental de puissances est donné par :

$$\frac{P_2}{P_1^2} = \frac{k}{P_0} \frac{V_2^2}{T_{st} T_{ls}^2 exp(-2\alpha_{s1} d_1)} \quad (3)$$

où k est la sensibilité du système de mesure, V_2 est l'amplitude mesurée de l'harmonique, T_{st} et T_{ls} sont les coefficients de transmission échantillon-émetteur et lentille-échantillon et d_1 est la distance entre la lentille et la zone focale.

3. **Configuration expérimentale**

L'émission à la fréquence fondamentale génère un champ à la seconde harmonique (fréquence double du fondamentale) dû au coefficient de non-linéarité du milieu ainsi qu'aux hétérogénéités ou déformations microscopiques présentes dans le milieu. L'acquisition de celui-ci, plutôt que du champ à la fréquence fondamentale comme en imagerie classique, fournit alors l'information utilisée pour l'imagerie non linéaire des zones scannées [3]. La qualité des images est accrue grâce à l'augmentation de la fréquence et la réduction de la tâche focale.

Un banc de mesure expérimental, respectant la configuration en mode transmission, a été mis en place afin d'évaluer le modèle proposé par L. Germain, R. Jacques, et J.D.N [1-3] pour les différentes concentrations de Méthanol dans l'eau. La Figure 1 représente le schéma de la configuration expérimentale en mode transmission.

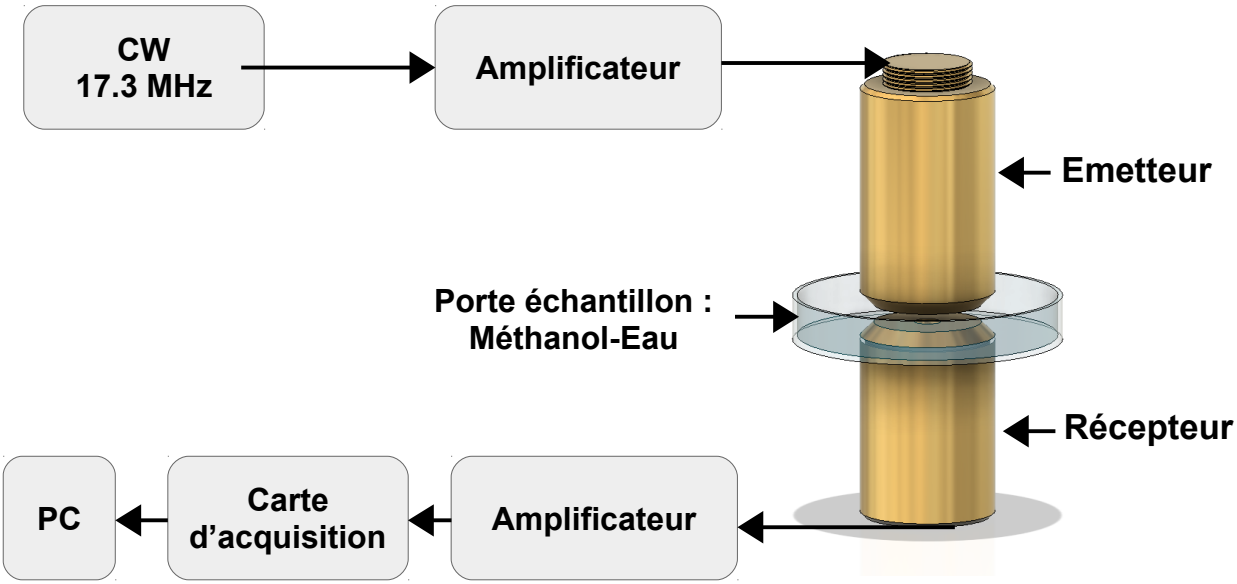


Figure 1. *Schéma de la configuration expérimentale en mode transmission*

Le microscope acoustique en mode transmission regroupe deux transducteurs acoustiques focalisés (Figure 2). L'échantillon liquide, qui est dans cette configuration une solution Eau-Méthanol à différentes concentrations, remplit l'espace entre l'émetteur et le récepteur.

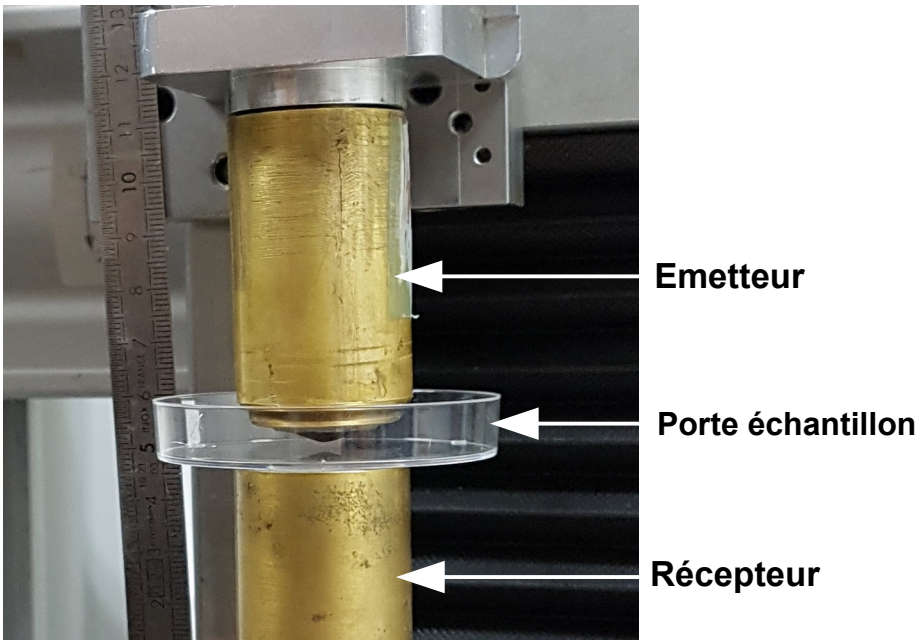


Figure 2. *Transducteurs et échantillon utilisés dans le microscope*

L'expérience consiste à mesurer l'amplitude spectrale du signal reçu à la fréquence harmonique dans la zone focale et de calculer les coefficients de transmission pour chaque mélange Eau-Méthanol de concentration bien définie.

4. **Résultats**

La Figure 3 représente la variation théorique (eq. 1) et expérimentale (eq. 2) du rapport non linéaire de puissances du champ ultrasonore, à la fréquence fondamentale et harmonique, en fonction de la concentration du Méthanol dans l'eau.

Les résultats de l'expérience sont comparés aux résultats obtenus par simulation en utilisant les modèles mathématiques proposés par L. Germain, R. Jacques, et J.D.N. [1].

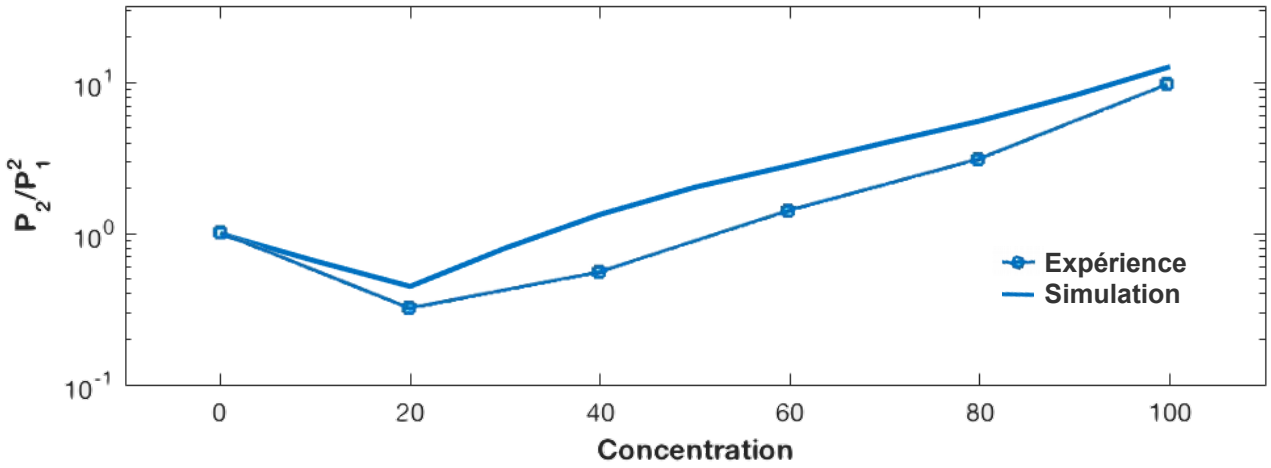


Figure 3. *Variation du rapport non linéaire de puissances en fonction de la concentration*

La Figure 3 montre une cohérence entre les résultats expérimentaux et théoriques. Les rapports sont normalisés à l'eau et affichés sur une échelle logarithmique.

Le rapport non linéaire de puissances prouve l'importance des effets non linéaires générés par l'échantillon placé dans la zone focale du microscope.

La capacité de mesurer et calculer cette non linéarité théoriquement et expérimentalement permettra d'exploiter ces effets pour atteindre de meilleurs résolutions et révéler plus de détails dans la matière à l'aide du microscope acoustique.

Ces résultats démontrent également que le microscope acoustique est très sensible à la nonlinéarité d'un échantillon placé au niveau du plan focal et devraient permettre la caractérisation non-linéaire avec une très haute précision des matériaux ou tissus biologiques.

5. **Références**

1. L. Germain, R. Jacques, and J.D.N. Cheeke. Acoustic microscopy applied to nonlinear characterization of biological media. Journal of Acoustic Society of America, 86, 1989.

2. L. Germain and J.D.N. Cheeke. Generation and detection of high-order harmonics in liquids using a scanning acoustic microscope. Journal of Acoustic Society of America, 83, 1988.

3. R. Kompfner and R.A. Lemons. Nonlinear acoustic microscopy. Journal of Applied Physics, 28, 1975

Développement de capteurs interdigités conformables pour le contrôle non destructif de structures

Marc Duquennoy [(1)] ; Mohammadi Ouaftouh [(1)] ; Rafatou Takpara [(1)] ; Christian Courtois [(2)] ; Mohamed Rguiti [(2)] ; Maurice Gonon [(3)]

1 Univ. Polytechnique Hauts de France, CNRS, Univ. Lille, ISEN, Centrale Lille, UMR 8520 - IEMN, DOAE, F-59313 Valenciennes, France.
2 LMCPA, Campus universitaire de Maubeuge, Boulevard Charles De Gaulle, 59600 Maubeuge, France
3 Université de Mons, 20, place du Parc, B7000, Mons, Belgique

Résumé *:*

Ce travail porte sur la réalisation de capteurs interdigités (IDT) de type SAW (Surface Acoustic Wave) destinés au contrôle santé des structures. L'enjeu est double puisqu'il s'agit premièrement de disposer de capteurs efficaces pour générer des ondes acoustiques de surface afin de caractériser la qualité des revêtements et les surfaces des structures. Sachant que la profondeur d'inspection de ces ondes est liée à la fréquence de résonance du capteur, il est nécessaire de développer différents schémas d'électrodes pour disposer d'un éventail de capteurs travaillant sur une large gamme de fréquences. Le deuxième objectif et de rendre ces capteurs flexibles afin qu'ils puissent s'adapter à différentes géométries non planes de structure. L'enjeu est complexe puisqu'en général, les matériaux piézoélectriques sont rigides et le caractère souple des matériaux et souvent en opposition avec les performances piézoélectriques de ce dernier. Enfin, des technologies relativement bon marché sont privilégiées pour développer ces capteurs car cela permet ensuite d'envisager un contrôle continu des structures en intégrant ces capteurs à demeure sur ces dernières.

Mots clés :

Contrôle Non Destructif ; Ultrasons ; Ondes de surface ; Caractérisation de structures

1. Introduction

Afin de contrôler les surfaces des structures pour observer par exemple des fissures débouchantes précoces ou tester la qualité d'un revêtement, il est nécessaire de disposer de capteurs à ondes de surface. Classiquement, dans le cadre du contrôle non destructif, la génération des ondes guidées est obtenue à partir de capteurs à coins mais ils sont adaptés aux surfaces planes et pour un type de matériau donné. Ils sont donc assez onéreux et il est difficile d'envisager un contrôle santé d'une structure avec ce type de capteur en laissant les capteurs à demeure sur celle-ci. C'est pourquoi nous avons envisagé dans cette étude, un autre type de capteurs ultrasonores, capables de générer des ondes de surface. Ces capteurs sont des capteurs dits interdigité (ou IDT pour *InterDigital Transducer*) [1-3]. Contrairement aux capteurs présentés dans la littérature, nous envisageons de réaliser des capteurs IDT souples et capables de s'adapter à la géométrie des structures. Afin de répondre à cet objectif, plusieurs laboratoires de recherche français et belges se sont réunis autour d'un projet européen de coopération transfrontalière Interreg PRISTIFLEX.

2. Mousses céramiques

Nos impératifs dans ce projet, nous ont amenés à utiliser des matériaux souples avec de bonnes performances piézoélectriques pour la génération des ondes de surface. Certes, il existe quelques matériaux comme le PVDF, mais malgré ses bonnes qualités mécaniques, l'utilisation de celui-ci est limitée par ses propriétés piézoélectriques. Ainsi dans le cadre de ce projet nous avons décidé de travailler avec une céramique piézoélectrique que nous avons rendu flexible par introduction des pores ; il s'agit d'une mousse céramique de type $BaTiO_3$.

2.1 Procédé de fabrication des matériaux poreux

Il existe plusieurs méthodes pour élaborer des matériaux poreux. Le choix de la méthode à utiliser pour l'élaboration de ces derniers a été guidé par le résultat visé. Les principales méthodes utilisées ont été: la technique du réplica, la méthode sacrificielle et la méthode des mousses stabilisées par des particules. Cette dernière méthode est celle qui a été utilisée dans le cadre de nos travaux.

La méthode des mousses stabilisées consiste à incorporer du gaz dans une suspension de particules céramiques. Le gaz peut être incorporé dans la suspension par agitation ou par réaction chimique avec dégagement gazeux. L'étape délicate consiste à stabiliser la mousse. La stabilisation de ces mousses se fait par l'introduction de molécules amphiphiles (par exemple, l'acide butyrique). Celles-ci comportent une tête hydrophile et une queue hydrophobe. Le pH est ajusté de manière à ce que la molécule amphiphile s'adsorbe, via sa partie polaire, à la surface des particules de $BaTiO_3$. L'objectif est de rendre les particules de $BaTiO_3$ suffisamment hydrophobes pour conduire à leur adsorption à l'interface air/eau.

Après la mise en forme et séchage, les mousses stables sont frittées à haute température. Cette méthode permet d'obtenir des céramiques poreuses dont les pores ont des dimensions comprises entre 10µm et 300 µm et le taux de porosité varie entre 40% et 95% [4]. Lors du frittage, le matériau est sensible à la fissuration. Il est donc nécessaire de le chauffer progressivement car un gradient de température entrainerait des contraintes et donc des fissurations. Le cycle de chauffage comprend alors une rampe montante, un palier, et une rampe descendante pour éviter la fissuration du matériau fragile qu'est la céramique.

2.2 Caractéristiques des mousses céramiques

En jouant sur la concentration de l'acide butyrique, il est possible de faire varier deux paramètres : le taux de porosité et la taille des pores. Plus la concentration en acide est élevée, plus la taille des pores diminuent. La vitesse d'agitation au cours de l'incorporation du gaz permet aussi de jouer sur la taille des pores. Plus la vitesse est grande, plus les pores sont petits.

Nous avons réussi à élaborer des mousses avec des taux de porosité allant de 50 à 90%, et une taille de pores variant entre 50µm et 100µm. Les mousses ainsi élaborées avaient de bonnes propriétés piézoélectriques notamment le d_{33} allant jusqu'à 170pC/N (d_{33}=33pC/N pour le PVDF). Cependant les propriétés mécaniques (en termes de flexibilités) des mousses sont restées faibles. Pour remédier à ce problème de fragilité, nous avons opté pour l'imprégnation des polymères dans les mousses. Cela a permis d'accroître la déformabilité du matériau piézoélectrique tout en gardant la connectivité de la phase céramique. Les polymères d'infiltration rencontrés dans la littérature sont le poly ε-caprolactone, un élastomère urée-uréthane et une résine époxyl vinyl ester. Dans notre cas, nous avons choisi une résine d'imprégnation de type époxy (nom commercial *épofix*). Il est à noter que l'incorporation du polymère permet de gagner en propriété mécanique, sans trop altérer le d_{33} du matériau.

La figure 1 permet de vérifier le comportement de ces deux types de matériaux pendant une sollicitation mécanique (flexion 3 points). Nous pouvons constater que le composite se déforme plus avant la rupture, contrairement au matériau poreux. Quelques constantes mécaniques présentées dans le tableau 1, permettent de comparer les performances de la mousse avant imprégnation et après imprégnation (composite).

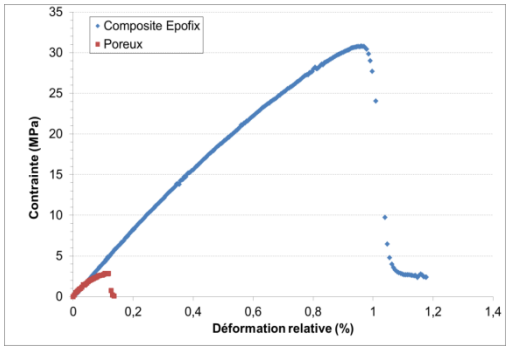


Figure 1 : Essais de flexion 3 points sur une mousse et le composite correspondant

Matériaux	Contrainte rupture (MPa)	Allongement rupture (%)	Module de Young (GPa)
Poreux	2,8	0,13	2,2
Composite	31	0,96	3,2

Tableau 1 : Comparaison des propriétés mécaniques des matériaux poreux et composites

3 Etude des paramètres du capteur

Afin d'optimiser les capteurs, nous avons réalisé une modélisation par éléments finis de ceux-ci sur *COMSOL Multiphysics®*. Dans un premier temps, à partir des différentes propriétés mécaniques, physiques et piézoélectriques, nous avons étudié la capacité des mousses piézoélectriques à générer les ondes de surface.

Un capteur IDT est constitué de deux électrodes métalliques, en forme de peignes (souvent en or ou en argent), composées de doigts imbriqués, qui sont déposées sur un substrat piézoélectrique (fig. 2). Lorsqu'une tension électrique est appliquée entre les deux électrodes, le champ électrique créé engendre des compressions et des dilatations, au voisinage de la surface de la lame piézoélectrique, donnant naissance aux ondes de surface [5]. Ensuite, les IDTs sont placés sur la structure à contrôler.

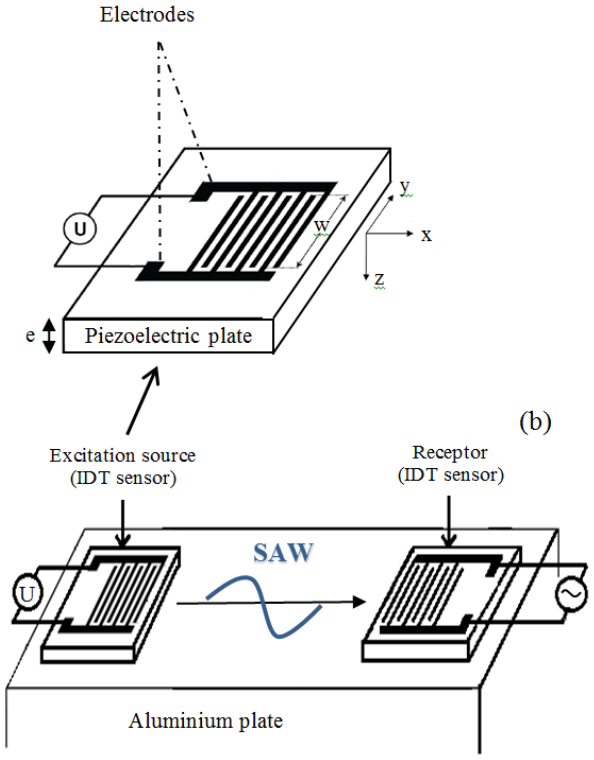
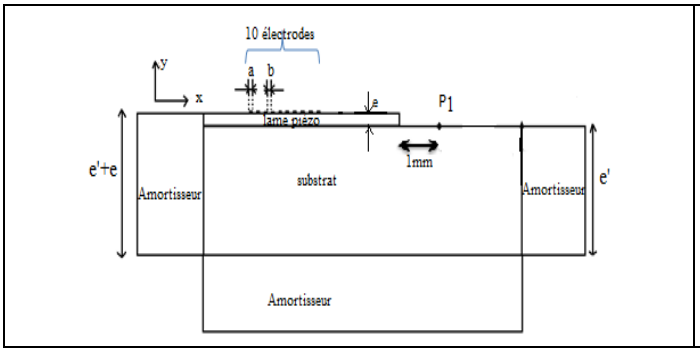


Figure 2 : Schéma des capteurs interdigités de type SAW déposés sur une structure à caractériser

A partir des modélisations, nous avons déterminé les déplacements (normaux à la surface de propagation) comme indiqué sur la figure 3. Ainsi, nous avons pu comparer les performances des mousses céramiques (en amplitude) avec les matériaux piézoélectriques rigides classiques (comme les PZTs ou le $LiNbO_3$). Les mousses piézoélectriques permettent de générer les ondes de surface avec des amplitudes plus élevés que certains PZTs, ainsi que le $LiNbO_3$ comme nous pouvons le constater dans le tableau 2.

Nous nous sommes intéressés ensuite à l'épaisseur optimale de la lame piézoélectrique. L'objectif étant de générer directement des ondes de surface sur une structure à caractériser, à partir de cette lame piézoélectrique mise en contact (ou collée) avec celle-ci.



e : épaisseur de la lame piézoélectrique
e' : épaisseur du substrat
a : largeur des électrodes
b : espacement entre les électrodes
$\lambda_{R_imp}=2*(a+b)$

Figure 3 : Modèle utilisé pour l'étude de l'épaisseur de la lame piézoélectrique à utiliser sur substrat

Classement	Matériaux	déplacement (nm)
1	PZ29	31,9
2	PZ27	21,1
3	P191	15,9
4	PZ28	14,1
5	$BaTiO_3$	6,6
6	PZ24	5,9
7	$LiNbO_3$	2,2

Tableau 2 : classement des matériaux du plus performant au moins performant (f=20MHz)

Nous avons considéré que la lame piézoélectrique était collée (liaison rigide) au substrat. Par contre compte tenu des très faible longueur de trajet, l'atténuation dans les matériaux n'a pas été considérée. Nous avons relevé les déplacements normaux en différents points : par exemple le point P1 est situé à 1mm de la lame piézoélectrique (fig. 4). Différents couples de matériaux piézoélectriques déposés sur différents substrats ont été étudiés. A partir de la vitesse de propagation de l'onde de Rayleigh dans le substrat et de la valeur de la fréquence d'excitation, nous avons calculé la longueur d'onde λ_{R_imp} et donc la largeur des électrodes et leurs espacements à imposer pour le capteur IDT.

$$\lambda_{R_imp} = V/f \qquad \text{avec} \qquad a = b = \lambda/4 \qquad (1)$$

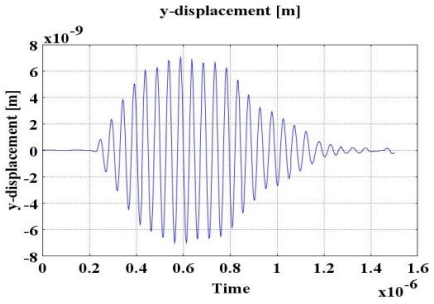


Figure 4 : Déplacements normal généré à 1mm des électrodes (10 électrodes) sur une mousse de $BaTiO_3$ à 20MHz

Pour chaque épaisseur, deux types d'essais ont été réalisés : un essai avec une contre électrode et un essai sans cette dernière. La contre électrode, permet de créer, en plus du champ inter-électrodes, un champ électrique vertical entre les électrodes supérieures et la contre électrode (le champ Ey sur la figure 5). Cet effet, est évidemment d'autant plus important que l'épaisseur est petite [6].

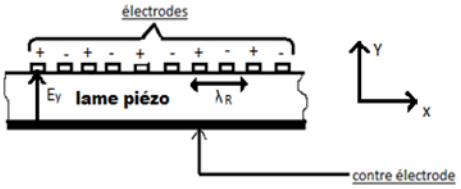


Figure 5 : Schéma illustrant la contre électrode

A partir des résultats de simulation, nous avons observé trois grands cas de figure: le premier cas correspond au cas où l'épaisseur « e » est très faible par rapport à la longueur d'onde de surface dans la lame piézoélectrique, le second cas correspond au cas où « e » est comparable à cette longueur d'onde, et

enfin le troisième cas correspond au cas où « e » est largement supérieur à la longueur d'onde dans la lame piézoélectrique.

Pour le 1er cas ($e<<\lambda_{R_lame}$), les résultats (en amplitude et type d'onde générée) sont très variables d'une épaisseur à une autre (fig. 6). D'autre part, nous ne pouvons pas envisager de telles épaisseurs avec les mousses piézoélectriques compte tenu du fait que les pores ont une taille minimale aux alentours de 50µm. Il est donc difficile de travailler avec des épaisseurs pour lesquels $e/\lambda_{R_lame}<0,8$.

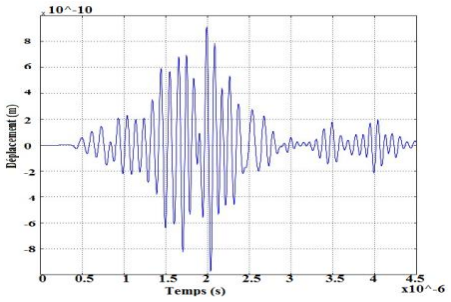


Figure 6 : Déplacement générés pour e/ λ_{R_lame} =0,15 (amplitude maximale = 0.8 nm)

2ème Cas ($e\approx\lambda_{R_lame}$) : Ce cas est favorable à l'excitation de l'onde de surface. En effet pour ces épaisseurs de la lame piézoélectrique, les déplacements normaux générés sur le substrat ont une forme comparable à ceux que l'on a pour une onde de Rayleigh sur un substrat piézoélectrique semi-infini (fig. 7). D'autre part, les vitesses de propagation de ces ondes correspondent à celle de l'onde de Rayleigh dans le substrat. Les amplitudes les plus élevées ont été également obtenues pour ce cas. Nous avons donc de bons résultats pour des épaisseurs comprises entre 0.8* λ_{R_lame} et 1.2* λ_{R_lame}.

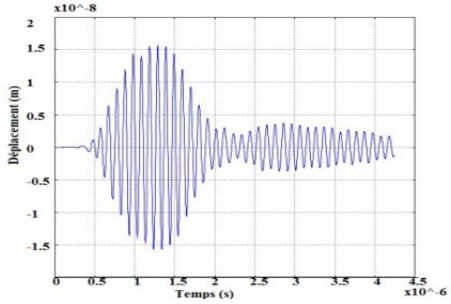


Figure 7 : Déplacement générés pour $e=\lambda_{R_lame}$ (amplitude maximale = 15 nm)

3ème cas ($e>>\lambda_{R_lame}$) : l'onde générée sur le substrat est fortement influencée par le bord de la lame piézoélectrique dans ce cas de figure. En effet, l'onde de surface est dans un premier temps générée sur la lame piézoélectrique, puis elle se propage sur celle-ci et va ensuite sur le substrat "en passant" par l'extrémité de la lame. Ces résultats sont donc fortement dépendant de la qualité de l'arrête de la lame. Puisque cet élément sera très difficile à maîtriser expérimentalement, nous n'avons pas retenu ce 3ème cas.

En conclusion il est préférable de choisir une épaisseur pour la lame piézoélectrique comprise entre 0.8* λ_{R_lame} et 1.2* λ_{R_lame}.

4 Résultats expérimentaux

Deux types de technologie ont été testés pour la réalisation des électrodes interdigités : la méthode Impression jet d'encre et la méthode Ablation laser. Différents capteurs ont été réalisés avec des lames composites de 2mm, 1mm et 500µm pour des fréquences de résonance allant de 1 à 5 MHz. Nous avons testé les performances acoustiques de ces capteurs et nous avons montré leur capacité à générer des ondes de surface sur une structure en aluminium. En mesurant le temps de vol de l'onde de surface en plusieurs points (figure 8), il a été possible de retrouver la vitesse de propagation des ondes de surface dans l'aluminium. Ces mesures confirment donc la bonne conversion électromécanique de ces capteurs et démontrent qu'il est tout à fait possible de réaliser des capteurs IDT pour la génération d'ondes de surface HF en vue de réaliser des contrôles non destructifs à partir de ces capteurs.

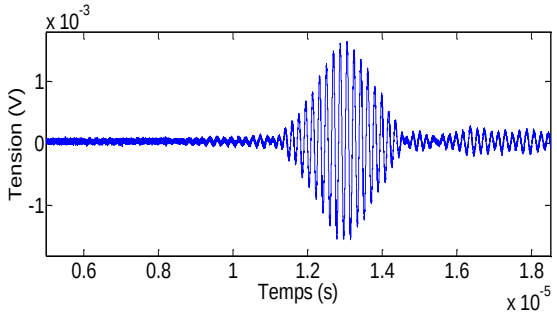


Figure 8 : Détection de l'onde de surface générée par un capteur interdigité flexible

5 Conclusion

Cette étude avait pour but de développer des capteurs interdigités flexibles pour générer des ondes de surface dans le cadre du CND. Dans ces travaux, nous avons élaboré un matériau piézoélectrique composite sous forme de mousse imprégnée de résine. Ce matériau étant flexible, il est donc possible de l'utiliser sur une surface non plane. L'aptitude des mousses piézoélectriques à générer les ondes de surface a été modélisée et testée expérimentalement. L'épaisseur de ce matériau utilisée pour la génération des ondes de surface sur un substrat (non piézoélectrique) a été étudiée.

Remerciements

Les auteurs remercient pour leurs soutiens, la région Hauts de France et l'Union Européenne (fonds FEDER) via le programme interreg IV "PRISTIFLEX".

Références

[1] J. Jin, S.T. Quek, Q. Wang, 2005, *Design of interdigital transducers for cracks detection in plates*, Ultrasonics 43 p481–493.

[2] R. Monkhouse, P. Wilcox, P. Cawley, 1997, *Flexible interdigital PVDF transducers for the generation of lamb waves in structures*, Ultrasonics 35 p489-498.

[3] J. K. Na, James L. Blackshire, 2010, *Interaction of Rayleigh waves with a tightly closed fatigue crack*, NDT&E International 43 432–439.

[4] U. Gonzenbach, A. Studart, E. Tervoort, and J. Gauckler, 2007, *Macroporous Ceramics from Particle-Stabilized Wet Foams*, Journal of the American Ceramic Society vol.90, issue 1, p.16-22.

[5] D. Royer, E. Dieulesaint, 1999, *Ondes élastiques dans les solides, Tome1 : propagation libre et guidée*, Masson Paris.

[6] F. Bellan, A. Bulletti, L. Capineri, L. Masotti, G. Goksen, F. Degertekin, B. Khuri, F. Guasti and R. Edgardo, 2005, *A new design and manufacturing process for embedded Lamb waves interdigital transducers based on piezopolymer film*, Sensors and Actuators A p.123–124.

Suivi électromagnétique RF de l'hydratation et du séchage d'un mortier

Mehdi Ferhat[(1)], Abdellatif el Fellahi[(2)], Thierry Bore[(3)], Aveline Darquennes[(4)], Farid Benboudjema[(5)], Franck Daout[(1)], Françoise Schmitt[(1)], Eric Vourc'h[(1)]

(1) SATIE, UMR CNRS 8029, ENS Paris-Saclay, Université Paris-Saclay
61 Avenue du président Wilson, 94230 Cachan, France
(2) IEMN, UMR CNRS 8520
Laboratoire Central – Cité Scientifique – Avenue Poincaré – CS 60069 – 59652 Villeneuve d'Ascq Cedex
(3) School of Civil Engineering, University of Queensland, St Lucia, Australia
(4) INSA Rennes, département de génie civil et urbain (GCU)
20 Avenue des buttes de Coesmes, 35708 Rennes, France
(5) LMT, UMR CNRS 8535, ENS Paris-Saclay, Université Paris-Saclay
61 Avenue du président Wilson, 94230 Cachan, France

1. Introduction

Les propriétés des mortiers évoluent au cours du temps à raison de la réaction entre l'eau et le ciment. Ces évolutions sont fonction du degré d'hydratation de ce dernier (rapport massique entre la quantité de ciment qui a réagi et la quantité de ciment initiale) [1]. L'évolution de la consommation d'eau au cours de cette réaction constitue un indicateur important de certains paramètres mécaniques d'un mortier tels que son module d'Young et ses résistances en compression/traction, lesquelles augmentent progressivement au cours de la réaction. Il est donc intéressant de suivre le degré d'hydratation au cours du temps, durant la phase de prise et de séchage d'un mortier. Pour ce faire il existe différentes techniques, de précision et de difficulté de mise en œuvre variables. La plus répandue est une technique calorimétrique [2], i.e. reposant sur la mesure du dégagement de chaleur dû à la réaction entre l'eau et le mortier. Mais elle présente l'inconvénient d'être délicate à interpréter lorsque le dégagement de chaleur devient faible à la fin de l'hydratation. Dans ce papier nous proposons une approche originale pour ce type de caractérisation : suivre au cours du temps l'évolution de la permittivité diélectrique d'un mortier via des mesures électromagnétiques RF réalisées au moyen d'une sonde de réflectométrie. En effet, la permittivité diélectrique d'un mortier dépend de son degré d'hydratation puisque l'eau présente un fort contraste de permittivité avec les autres constituants du matériau.

2. Rappels sur l'hydratation d'un mortier

Le mortier est un matériau de construction constitué à partir du mélange d'un liant (ciment), d'agrégats (tels que du sable) et d'eau. Dans la composition du ciment entrent majoritairement comme éléments des silicates de calcium, communément notés C_2S et C_3S. Mélangés à l'eau, ils produisent par réactions chimiques de nouvelles espèces, à savoir des silicates de calcium hydraté (C-S-H) et de la portlandite ($CH = Ca(OH)_2$) [3] :

$$C_3S + xH \rightarrow zC - S - H + zCH$$
$$C_2S + XH \rightarrow YC - S - H + ZCH$$

La notation cimentaire est utilisée (C = CaO, S = SiO_2 et H = H=20) et les équations relatives à l'hydratation des autres phases du ciment (notamment C_3A et C_4AF) ne sont pas rappelées. Notons que ces réactions chimiques ne sont pas équilibrées et s'accompagnent d'un dégagement de chaleur. Du point de vue mécanique les C-S-H sont un produit essentiel puisqu'ils confèrent au mortier rigidité et résistance. C'est notamment cette réaction d'hydratation que nous nous proposons de suivre au cours du temps au moyen d'une approche électromagnétique. Le mortier que nous considérons est de composition usuelle : l'agrégat utilisé est du sable ; le rapport *e*/*c* des masses d'eau et de ciment est fixé à 0,5 et celui *s*/*c* entre masses de sable et de ciment à 2,5.

3. Suivi de l'hydratation et du séchage d'un mortier par des mesures électromagnétiques RF

L'eau présente un important contraste de permittivité diélectrique par rapport aux autres constituants d'un mortier, avec notamment une partie réelle de 81 à la température de 20°C pour l'une, contre quelques unités pour les autres [4-6]. Les mesures diélectriques constituent donc une approche potentiellement intéressante pour le suivi de l'hydratation des mortiers. Par ailleurs, à l'instar des bétons, les mortiers sont dispersifs du point de vue diélectrique jusqu'à des fréquences de plusieurs GHz [5]. Nous proposons donc des mesures de spectroscopie diélectrique au moyen d'un banc d'instrumentation opérant dans la bande [6 MHz — 6 GHz] et réalisant des mesures de réflectométrie (Figure 1). Une sonde à effet de bout est placée au contact du mortier et reliée via un câble coaxial à un analyseur de réseau vectoriel, lequel, moyennant une étape de calibrage, permet de mesurer le coefficient de réflexion S_{11} de l'onde à l'interface sonde/matériau. La sonde consiste en un connecteur coaxial de type N dont le conducteur externe est soudé à un plan de masse [7]. Compte tenu de son rayon d'ouverture R, de l'ordre de 5 mm, elle permet, étant donnée la taille maximum des hétérogénéités du milieu (grains de sable d'un diamètre de l'ordre de 300 µm), de sonder le mortier sur un volume très supérieur à son volume élémentaire représentatif.

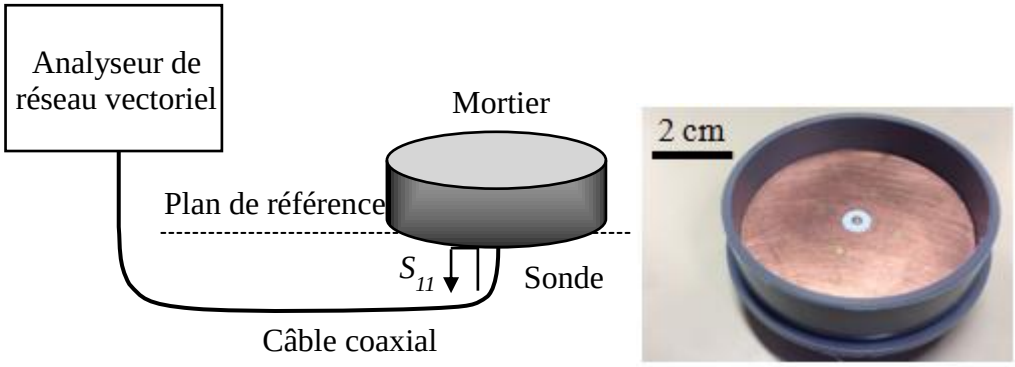


Figure 1. Schéma du banc expérimental et sonde à effet de bout.

La géométrie du capteur et les dimensions du problème, pour lequel le matériau sondé peut être considéré comme homogène, permettent d'appliquer un modèle capacitif aux interactions sonde/milieu sous test et de relier la permittivité diélectrique relative complexe ε_r^* du milieu à S_{11} [8]:

$$\varepsilon_r^* = \frac{c_1 S_{11} - c_2}{c_3 - S_{11}} \qquad (1)$$

où c_1, c_2 et c_3 sont des coefficients dépendant de la géométrie de la sonde. Un étalonnage du capteur consistant à mesurer S_{11} pour trois matériaux de ε_r^* connues, permet de déterminer les coefficients c_1, c_2 et c_3 du modèle (1). Pour ce faire, dans cette étude nous avons appliqué la méthode suivante. Les milieux choisis pour effectuer l'étalonnage, sont ici l'air, l'eau déionisée et le méthanol. La permittivité diélectrique de l'air vaut 1 tandis que les permittivités diélectriques du méthanol et de l'eau déionisée sont connues grâce au modèle de Debye [9] :

$$\varepsilon_{r,Debye}^* = \varepsilon_{r,HF}^* + \frac{\varepsilon_{r,BF}^* - \varepsilon_{r,HF}^*}{1 + j\omega\tau} - j\frac{\sigma_{BF}}{\omega\varepsilon_0} \qquad (2)$$

où $\varepsilon_{r,BF}^*$, $\varepsilon_{r,HF}^*$ et σ_{BF} désignent respectivement la permittivité diélectrique aux basses et aux hautes fréquences et la conductivité électrique du milieu aux basses fréquences. τ est le temps de relaxation du milieu (en s), ω la pulsation (en rad/s) et ε_0 la permittivité absolue du vide (ε_0 = 8,85.10^{-12} F.m^{-1}). Les permittivités diélectriques aux basses et aux hautes fréquences ainsi que le temps de relaxation dépendent notamment de la température des milieux sous test selon des lois empiriques et semi-empiriques [10-12]. Lors des mesures effectuées pour cette étude, la température du méthanol était de 294 K et celle de l'eau de 296 K.

Notons $S_{11,O}$, $S_{11,W}$ et $S_{11,M}$les coefficients de réflexion respectivement en présence d'air, d'eau déionisée et de méthanol. Et notons respectivement $\varepsilon^*_{r,O}$, $\varepsilon^*_{r,W}$ et $\varepsilon^*_{r,M}$ les permittivités diélectriques de ces mêmes milieux. D'après (2), ces différentes grandeurs sont liées aux coefficients c_1, c_2 et c_3 par la relation matricielle suivante

$$\begin{pmatrix} -S_{11,O} & 1 & \varepsilon^*_{r,O} \\ -S_{11,W} & 1 & \varepsilon^*_{r,W} \\ -S_{11,M} & 1 & \varepsilon^*_{r,M} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} c_1 \\ c_2 \\ c_3 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \varepsilon^*_{r,O} S_{11,O} \\ \varepsilon^*_{r,W} S_{11,W} \\ \varepsilon^*_{r,L} S_{11,M} \end{pmatrix} \quad (3)$$

Après inversion de la relation (3) nous obtenons la relation suivante

$$C = \frac{1}{X}(V_{M,W} \quad V_{O,M} \quad V_{W,O})S \quad (4)$$

où

$$C = \begin{pmatrix} c_1 \\ c_2 \\ c_3 \end{pmatrix} \quad (5)$$

$$V_{M,W} = \begin{pmatrix} \varepsilon^*_{r,M} - \varepsilon^*_{r,W} \\ S_{11,W}\varepsilon^*_{r,M} - S_{11,M}\varepsilon^*_{r,W} \\ S_{11,M} - S_{11,W} \end{pmatrix} \quad (6)$$

$$V_{O,M} = \begin{pmatrix} \varepsilon^*_{r,O} - \varepsilon^*_{r,M} \\ S_{11,M}\varepsilon^*_{r,O} - S_{11,O}\varepsilon^*_{r,M} \\ S_{11,O} - S_{11,M} \end{pmatrix} \quad (7)$$

$$V_{W,O} = \begin{pmatrix} \varepsilon^*_{r,W} - \varepsilon^*_{r,O} \\ S_{11,O}\varepsilon^*_{r,W} - S_{11,W}\varepsilon^*_{r,O} \\ S_{11,W} - S_{11,O} \end{pmatrix} \quad (8)$$

$$S = \begin{pmatrix} \varepsilon^*_{r,O} S_{11,O} \\ \varepsilon^*_{r,W} S_{11,W} \\ \varepsilon^*_{r,L} S_{11,M} \end{pmatrix} \quad (9)$$

$$X = S_{11,W}\varepsilon^*_{r,M} + S_{11,M}\varepsilon^*_{r,O} + S_{11,O}\varepsilon^*_{r,W} - (S_{11,O}\varepsilon^*_{r,M} + S_{11,M}\varepsilon^*_{r,W} + S_{11,W}\varepsilon^*_{r,O}) \quad (10)$$

Partant des mesures d'étalonnage $S_{11,O}$, $S_{11,W}$ et $S_{11,M}$ et connaissant $\varepsilon^*_{r,O}$, $\varepsilon^*_{r,W}$ et $\varepsilon^*_{r,M}$, la relation (4) permet donc de déterminer les paramètres c_1, c_2 et c_3 du modèle (1).

Les figures 2 et 3 représentent respectivement les parties réelle et imaginaire, calculées d'après le modèle de Debye (2), de la permittivité diélectrique des liquides d'étalonnage (eau et méthanol) utilisés dans cette étude. Notons que l'utilisation d'autres milieux d'étalonnage serait possible [13].

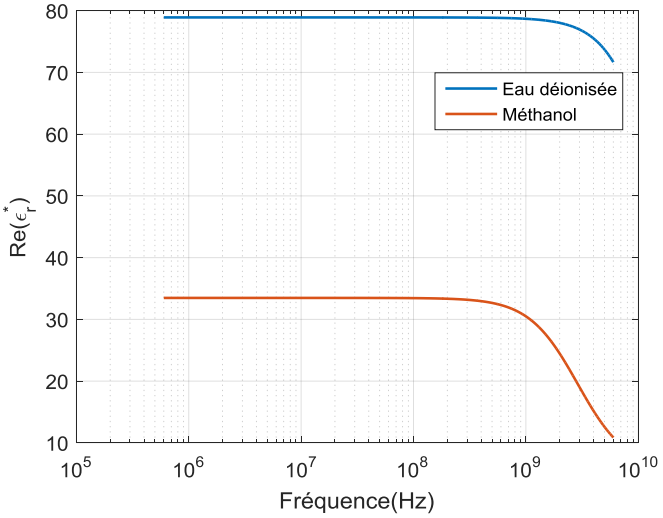


Figure 2. Partie réelle de la permittivité diélectrique des liquides d'étalonnage de la sonde.

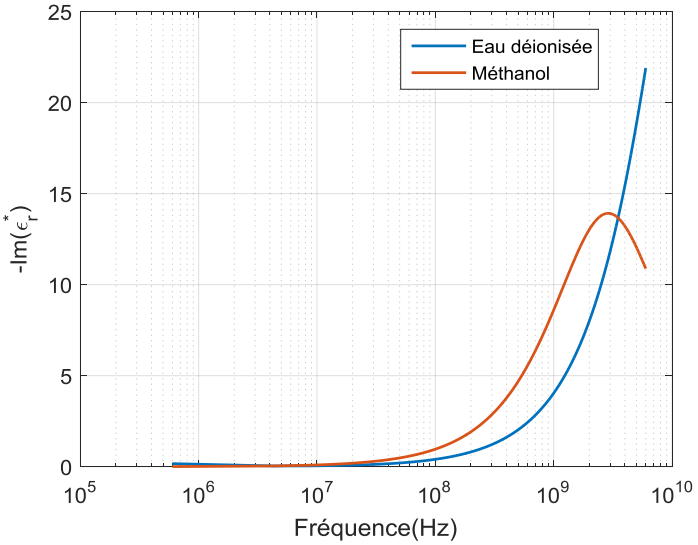


Figure 3. Partie imaginaire de la permittivité diélectrique des liquides de référence

Une fois réalisé l'étalonnage décrit ci-dessus, la mesure de S_{11} sur le matériau à caractériser permet, d'après (1), de déduire son spectre diélectrique ε_r^*.

Nous avons, en appliquant la méthode qui précède, suivi l'évolution du spectre diélectrique d'un mortier fabriqué selon la recette décrite en section 2. Ce suivi à concerné trois phases de l'évolution du mortier : (i) la prise : premières heures ; (ii) l'hydratation : 28 jours durant lesquels le matériau était enveloppé d'un film plastique pour empêcher le séchage, i.e. les échanges hydriques avec l'environnement ; (iii) le séchage : 28 jours durant lesquels le mortier, non enveloppé, était placé dans une chambre contrôlée en température (23°C). Le but était notamment d'observer dans quelle mesure la sonde à effet de bout de type N utilisée pouvait être sensible à la réaction d'hydratation du mortier.

4. Analyse des mesures

Une analyse du spectre diélectrique mesuré a permis d'identifier les fréquences auxquelles ε_r^* présente les variations les plus importantes.

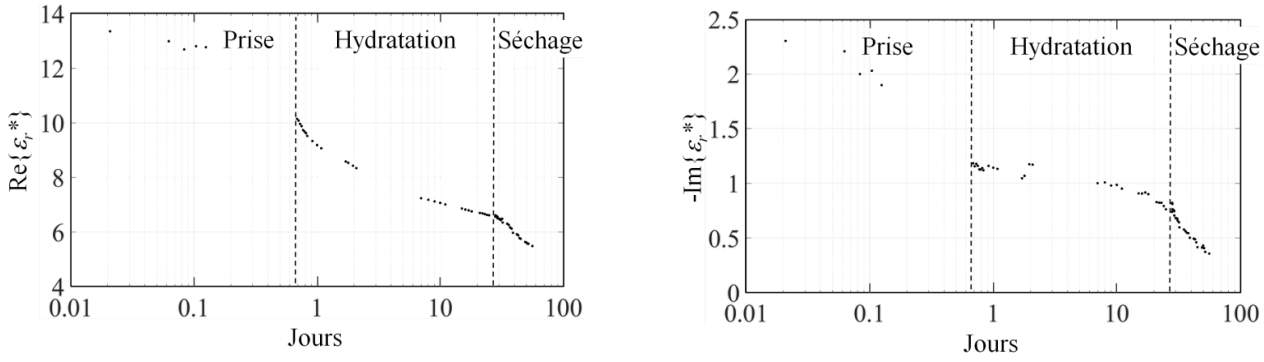


Figure 4. Variations des parties réelle et imaginaire de la permittivité diélectrique relative à 5 GHz d'un mortier au cours du temps (représenté en échelle log).

La figure 4 représente les variations de ε_r^* du mortier au cours du temps pour la composante fréquentielle à 5 GHz. Ces mesures permettent de clairement identifier les phases de prise, d'hydratation et de séchage. Durant l'hydratation la partie réelle de ε_r^* chute à mesure que l'eau est consommée par les réactions chimiques au sein du matériau (auto-dessiccation), puis, durant le séchage, l'enveloppe ayant été ôtée, elle chute de façon accentuée en raison de la perte d'eau du matériau par échange avec l'extérieur. Les mesures électromagnétiques proposées se révèlent donc sensibles aux phénomènes physico-chimiques dont le mortier est le siège et permettent en particulier de distinguer les trois phases : prise, hydratation et séchage.

5. Conclusion

Une étude portant sur le suivi de l'hydratation et du séchage d'un mortier par une méthode électromagnétique RF a été présentée. L'approche proposée se pose comme une alternative à la technique calorimétrique consistant à analyser le dégagement de chaleur dû à la réaction entre l'eau et le mortier. Si cette dernière est intéressante, elle perd cependant en sensibilité lorsque le dégagement de chaleur devient faible à la fin de l'hydratation. La méthode proposée ici repose sur des mesures de réflectométrie RF pratiquées au moyen d'une sonde à effet de bout de dimensions millimétriques permettant de sonder le mortier sur un volume suffisant. Elle repose également sur une inversion des mesures : partant des signaux mesurés, et moyennant une étape d'étalonnage du capteur, il s'agit d'inverser un modèle capacitif représentatif des interactions sonde/matériau sous test afin de déterminer le spectre diélectrique. Cette méthode a été appliquée à la mesure du spectre diélectrique d'un mortier sur la bande 6 MHz-6 GHz. L'analyse de ce spectre a permis d'identifier des fréquences (notamment, en l'espèce, 5 GHz) auxquelles les mesures présentent une bonne sensibilité aux phases de prise, d'hydratation et de séchage d'un mortier, démontrant par là même l'intérêt de la méthode proposée. Une prochaine étape consistera pousser l'étude plus avant en appliquant cette méthode à des mortiers présentant différents rapports entre masses d'eau et de ciment et à analyser quantitativement leurs variations de permittivité au cours du temps.

6. Références

1. Z. LIU, D. XU, Y. ZHANG, « Experimental investigation and quantitative calculation of the degree of hydration and products in fly ash-cement mixtures », Advances in Materials Science and Engineering, Volume 2017, Article ID 2437270, 12 pages.
2. M. GARCIA DE LOMAS, M. I. SANCHEZ DE ROJAS, M. FRIAS, « Pozzolanic reaction of a spent fluid catalytic cracking catalyst in ffc-cement mortars », Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, Vol. 90, N°2, pp 443-447 (2007).
3. Y. Y. KIM, K. M. LEE, J. M. BANG, S. J. KWON, « Effect of W/C ratio on durability and porosity in cement mortar with constant cement amount », Advances in Materials Science and Engineering, Volume 2014, Article ID 273460, 11 pages.
4. U. KAATZE, « Complex permittivity of water as a function of frequency and temperature », Journal of Chemical and Engineering Data, Vol.34, N°4, pp 371-374, (1989).
5. C. MATZLER, « Microwave permittivity of dry sand », IEEE Transactions on Geoscience and Remote Sensing, Vol.36, N°1, pp 317-319, (1998).
6. D. A. BOYARSKII, V. V. TIKHONOV, N. Y. KOMAROVA, « Model of dielectric constant of bound water in soil for applications of microwave remote sensing », Progress in Electromagnetics Research, Vol. 35, pp 251-269 (2002).
7. M. SCHWING, A. SCHEUERMANN, N. WAGNER, « Numerical 3D fem and experimental analysis of the open-ended coaxial line technique for microwave dielectric spectroscopy on soil », IEEE Transactions on Geoscience and Remote Sensing, Vol. 52, pp 880-893 (2013).
8. A. IHAMOUTEN, K. CHAHINE, V. BALTAZART, G. VILLAIN, X. DEROBERT , « Variants of the frequency power law for the electromagnetic characterization of hydraulic concrete », IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, Vol. 60, N°11, pp 3658-3668 (2011).
9. P. DEBYE, Polar molecule, Dover, Mineola, New York (1929).
10. M. HAYASHI, «Temperature-electrical conductivity relation of water for environmental monitoring and geophysical data inversion », Environmental Monitoring and Assessment, vol. 96, pp.119-128 (2004).

11. R. BUCHNER, J. BARTHEL, J. STAUBER, « The dielectric relaxation of water between 0°C and 35° », Chemical Physics Letters, vol. 306, pp.57-63 (1999).
12. U. KAATZE, « Reference liquids for the calibration of dielectric sensors and measurement instruments », IOP Science, vol. 18, pp.967-976 (2007).
13. J. BARTHEL, K. BACHHUBER, R. BUCHNER, H. HETZENAUER, « Dielectric spectra of some common solvents in the microwave region water and lower alcohols », Chemical Physics Letters, Vol. 165, N°11, pp 369-373 (1990).

Microsystèmes, Microcapteurs, Microthermique et Microfluidique

Capteurs de pression flexibles à base de PDMS poreux

Sylvie Bilent, Thi-Hong-Nhung Dinh, Emile Martincic, Pierre-Yves Joubert

Centre de Nanotechnologies, CNRS, Univ. Paris-Sud, Univ. Paris-Saclay,
C2N – Orsay, 91405 Orsay cedex, France

1. Introduction : capteurs de pression flexibles

Grâce aux progrès réalisés dans la fabrication de composants électroniques flexibles et de micro-capteurs, les dispositifs de mesure physiologiques portables pour la surveillance en temps réel de l'activité du corps humain [1] sont de plus en plus répandus. Parmi celles-ci, des mesures de pression/force non invasives sont nécessaires dans de nombreuses applications médicales telles que la surveillance des champs de pression plantaires dans les pathologies neurodégénératives [2] ou le contrôle du traitement par bandage compressif dédié aux troubles veineux chroniques [3]. Ces applications nécessitent le développement de capteurs de pression précis, fiables, faciles à porter et non toxiques. Plusieurs technologies de détection de pression flexibles sont disponibles, tels que les capteurs piézorésistifs, piézoélectriques et capacitifs [4]. Dans cet article, nous nous concentrons sur les capteurs de pression capacitifs en raison de leur faible sensibilité aux changements de température et de l'électronique de lecture à basse consommation qui peut leur être associée. Le principe fondamental de tels capteurs est de détecter la déformation d'un polymère diélectrique flexible sous contrainte, à l'aide des variations de capacité lues entre des électrodes intégrées dans le polymère, qui se déplacent les unes par rapport aux autres lorsqu'une charge est appliquée. Ces capteurs étant destinés à être mis en contact avec la peau, ils doivent être jetables et, partant, doivent bénéficier d'un faible coût de production. Pour répondre aux exigences, particulières liées à l'élaboration de tels capteurs, les polymères à base de silicone tels que le PolyDiMethylSiloxane (PDMS) constituent de bons candidats. Ce type de matériau est non-toxique, hautement déformable et présente des propriétés diélectriques ainsi que des propriétés mécaniques pertinentes, permettant une déformation jusqu'à 100% sans dommage [5]. Cependant, le PDMS présente un comportement de déformation hautement non linéaire et est difficilement compressible [5]. Pour cette raison, les auteurs ont envisagé la conception de capteurs de pression à film structuré, permettant d'atteindre une déformation plus importante et, par conséquent, une plus grande sensibilité des capteurs. Cependant, ces capteurs à film structuré souffrent d'un processus de fabrication complexe ainsi que de performances difficilement prévisibles [6]. L'utilisation de mousse de PDMS a donc été prise en considération comme une alternative pertinente pour augmenter les performances du capteur tout en simplifiant le processus de fabrication. Les mousses de PDMS sont obtenues en mélangeant le polymère avec des particules de sucre, puis en les dissolvant [7, 8] de manière à introduire des microporosités dans le matériau, ce qui augmente la compressibilité du PDMS et la sensibilité du capteur. Dans cet article, nous proposons tout d'abord une méthodologie pour la conception de capteurs de pression à polymère poreux de haute sensibilité. Celle-ci repose sur la fabrication de mousses de PDMS ayant des propriétés mécaniques ajustées (par un contrôle de la porosité) et leur caractérisation par des moyens électromécaniques. Nous proposons également un modèle comportemental simple du capteur qui peut être appliqué à une large gamme de capteurs de pression à base de polymères, permettant de comparer objectivement les capteurs fabriqués en termes de sensibilité et d'étendue de mesure en pression.

2. Principe du capteur

Les capteurs considérés dans cet article sont composés de deux électrodes carrées en laiton (longueur = 15 mm ; épaisseur = 1 mm) placé de chaque côté d'un film de PDMS (massif ou poreux) d'épaisseur d_0 = 6 mm ± 0,5mm (Cf. Figure 1). Lorsqu'une force normale y est appliquée, la distance entre les deux électrodes diminue, de sorte que la capacité lue aux extrémités du condensateur est augmentée passant d'une valeur initiale C_0 à une capacité C.

La capacité C du capteur est donnée par :

$$C = \frac{\varepsilon_0 \varepsilon_r A}{d} \quad (1)$$

Où A est la surface de l'électrode, ε_0 est la permittivité du vide, ε_r est la permittivité relative de la couche de PDMS et d est la distance entre les électrodes.

La variation relative de la capacité est définie par [5]:

$$\frac{\Delta C}{C_0} = 100 \times \frac{d_0 - d}{d} \quad (2)$$

Avec $\Delta C / C_0$ la variation relative de la capacité en %, $C = C_0 - C$ la différence entre la capacité à vide et en charge, d l'épaisseur de la couche diélectrique en charge et d_0 son épaisseur à vide.

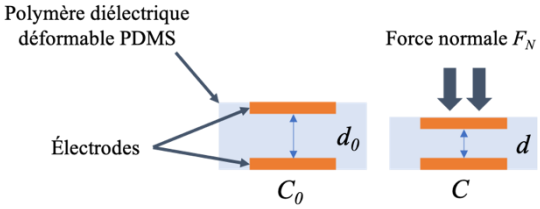


Figure 1. Principe de fonctionnement d'un capteur de pression capacitif flexible

3. PDMS poreux

a. Procédé de fabrication

Le PDMS poreux est fabriqué en mélangeant du PDMS avec des grains de sucre (Cf. Figure 2). Premièrement, le PDMS est obtenu en mélangeant deux composants : un pré-polymère (Sylgard 184A) et un agent réticulant (Sylgard 184B) avec un ratio volumique de 10:1. Les deux composants sont mélangés manuellement puis placés dans un dessiccateur pendant 60 minutes afin d'éliminer les bulles d'air apparues lors du mélange. Les grains de sucre, préalablement tamisés à l'aide de trois grilles différentes de 500 µm, 1000 µm et 2000 µm, sont ajoutés à la solution de PDMS avec deux rapports volumiques 4:1 et 6:1 (sucre:PDMS) afin d'obtenir des mousses de PDMS présentant diverses porosités. Le mélange obtenu est ensuite versé dans une boîte de Pétri, compacté puis recuit dans une étuve à 90°C pendant 2 heures. Après la réticulation du PDMS, le mélange est retiré de la boite de Pétri et plongé dans un bain-marie pour dissoudre le sucre et obtenir ainsi le PDMS microporeux. Une fois le sucre complètement dissous, la mousse de PDMS est à nouveau placée dans l'étuve à 75°C pendant 1h30 pour éliminer l'excès d'eau. Enfin, le PDMS microporeux est découpé à la forme des électrodes pour la caractérisation électromécanique.

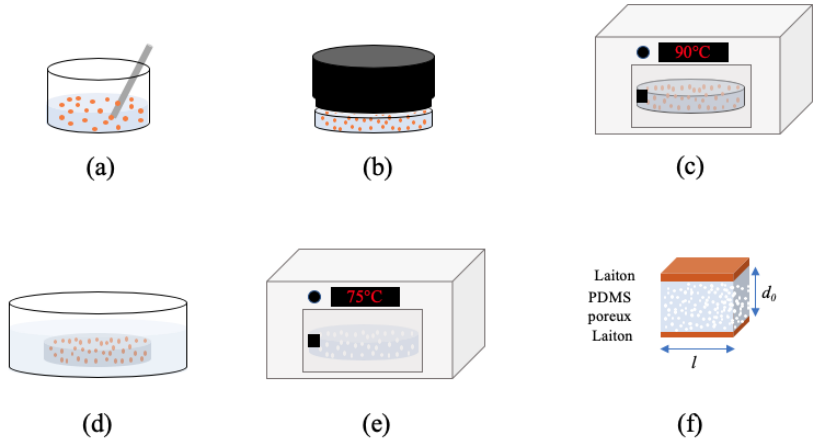
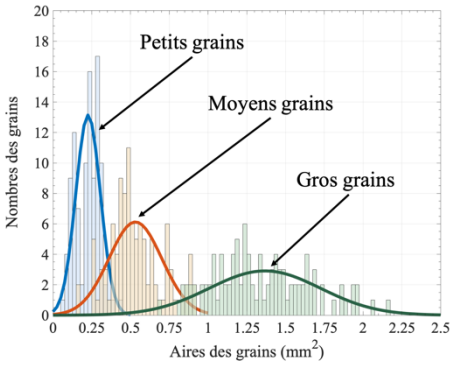


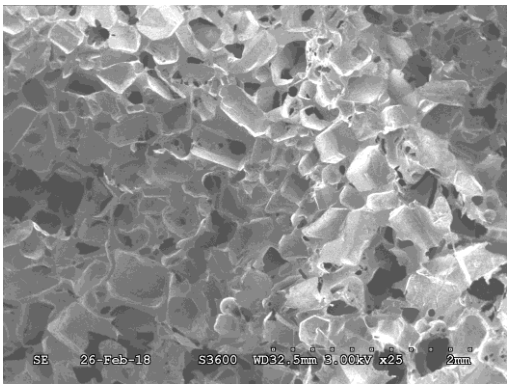
Figure 2. Procédé de fabrication du PDMS microporeux, (a) Mélanger le sucre avec le PDMS avec un rapport volumique 4:1 et 6:1, (b) Comprimer le mélange dans une boite de Pétri, (c) Cuire le mélange à 90°C pendant 2h, (d) Dissoudre le sucre dans un bain d'eau, (e) Sécher le PDMS poreux à 75°C pendant 1h et (f) Couper le PDMS poreux aux dimensions des électrodes.

b. Caractérisation diélectrique du PDMS poreux

Les grains de sucre ont été répartis en trois catégories, selon les grilles utilisées pour le tamisage, fin (500 µm), moyen (1000 µm) et gros (2000 µm). Une centaine de grains, dans chaque catégorie, ont été observés par microscopie optique (Keyence VHX-1000) afin de caractériser la distribution de la taille des grains (Cf. Figure 3.a). Par la suite, des coupes transversales des mousses de PDMS ont été observées avec un microscope électronique à balayage (Hitachi S3600N), comme illustré par la figure 3.b. Ces deux observations ont permis de confirmer que la taille des micropores dans la mousse de PDMS est directement liée à la taille des grains de sucre.



(**a**)



(**b**)

Figure 3. (a) Distribution de la taille des pores dans le PDMS microporeux ; (b) Image MEB d'une vue en coupe transversale du PDMS microporeux

Les porosités (Φ) ont été calculées à partir des densités de chaque mousse de PDMS, en supposant que la densité totale du PDMS (ρ_{massif}) est de 1109 kg/m^3 (Cf. Tableau 1). La porosité est définie par :

$$\Phi(\%) = 1 - \frac{\rho_{mousse}}{\rho_{massif}} \tag{3}$$

La permittivité relative de la mousse de PDMS (ε_r) est une combinaison de la permittivité relative de l'air et du PDMS (ε_{PDMS} = 2,69 [9], ε_{air} = 1), la permittivité relative théorique peut-être estimée par [8]:

$$\varepsilon_r = \varepsilon_{air}\Phi + (1-\Phi)\varepsilon_{PDMS} \tag{4}$$

Où Φ est la porosité définie dans (3).

La mesure expérimentale de la permittivité a été effectuée à l'aide de feuilles de cuivre de 50 µm d'épaisseur coupées à la taille de l'échantillon (disque de 5 cm), et placées parallèlement l'une à l'autre des deux côtés de la couche diélectrique. La capacité a été mesurée avec un analyseur d'impédance HP 4192A de l'ordre de 10^{-12} F (pF).

Le tableau 1 rapporte les porosités et les permittivités - théoriques et expérimentales - obtenues pour différentes tailles de grains de sucre et différents rapports volumiques.

Tableau 1. Variation de la permittivité relative du PDMS microporeux en fonction de la porosité.

Rapport volumique sucre : PDMS	**Taille des grains de sucre**	$\boldsymbol{\Phi}$ **(%)**	$\boldsymbol{\varepsilon_r}$ **Théorique**	$\boldsymbol{\varepsilon_r}$ **Expérimental**
4:1	Petit	78,58 ± 3,11	1,36	1,38 ± 0,12
	Moyen	79,76 ± 1,42	1,34	1,38 ± 0,07
	Gros	81,22 ± 0,97	1,32	1,41 ± 0,06
6:1	Petit	82,84 ± 1,28	1,29	1,29 ± 0,15
	Moyen	85,18 ± 0,85	1,25	1,25 ± 0,05
	Gros	85,02 ± 1,08	1,25	1,30 ± 0,15

4. Caractérisation électromécanique du capteur

a. Banc de mesure

Un banc expérimental (Cf. Figure 4) a été utilisé pour la caractérisation électromécanique par l'application d'une pression externe sur la mousse de PDMS. La pression a été appliquée par un indenteur connecté à un capteur de force (FUTEK FSH00105) et contrôlée par un robot 3 axes (isel iMC-S8). Le capteur de force fournit une tension mesurée à l'aide d'un multimètre (HP 34401A). La force appliquée est comprise entre 0 et 110 N. Les deux électrodes sont connectées à un analyseur d'impédance (HP 4192A) réglé à une fréquence de 1 MHz afin de mesurer la capacité en fonction de la force appliquée. Toutes les configurations de mesure sont contrôlées par un ordinateur fonctionnant sous Matlab®, qui permet le stockage et le traitement des données.

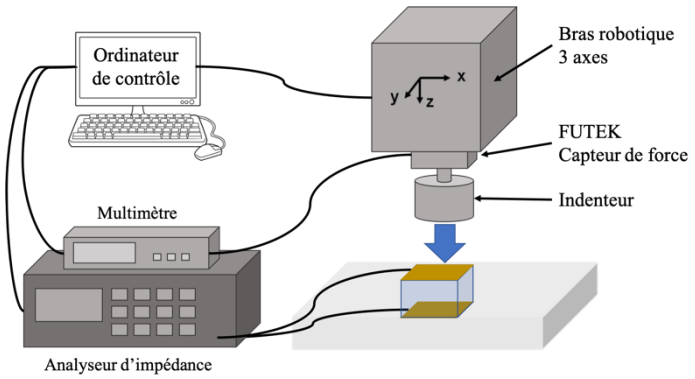


Figure 4. Banc de mesure instrumenté pour la caractérisation électromécanique

b. Modèle comportemental électromécanique

Les capteurs de pression capacitifs obtenus avec des matériaux polymères ont généralement un comportement non linéaire. Les auteurs utilisent souvent des techniques de linéarisation par morceaux pour caractériser les performances des capteurs en termes de sensibilité et d'étendue de mesure [6, 7]. Cependant, cette approche n'est pas totalement satisfaisante pour fournir une comparaison objective entre les capteurs. Nous proposons ici un modèle de comportement (Cf. Figure 5) permettant d'évaluer la sensibilité *S* et l'étendue de mesure *EM* en pression de différents capteurs de pression capacitifs.

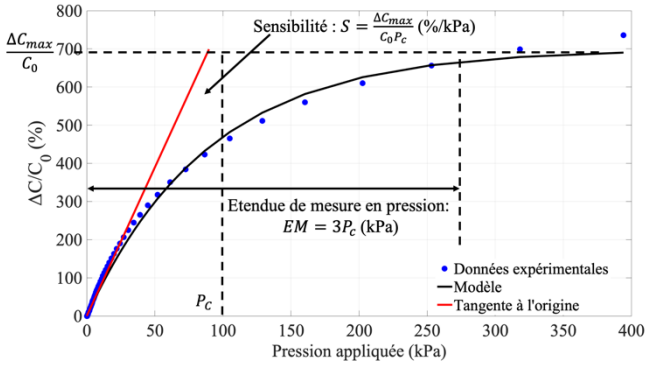


Figure 5. Modèle typique de réponse du capteur et modèle exponentiel de premier ordre permettant de déterminer la sensibilité du capteur (*S*) et son étendu de mesure (*EM*) à partir de la pression caractéristique P_C et du changement de capacité maximal $\Delta C_{max}/C$.

Afin de quantifier les performances des capteurs, nous proposons un modèle comportemental exponentiel du premier ordre. La variation de capacité relative suit la loi :

$$\frac{\Delta C}{C_0}(\%) = \frac{\Delta C_{\max}}{C_0}(1 - e^{-(P/P_C)}) \qquad (5)$$

Où P (kPa) est la pression appliquée, C_{max} est la variation de capacité maximale et *Pc* est la pression caractéristique à laquelle 63% de C_{max} sont atteints.

Ce modèle est ajusté aux données expérimentales et permet de définir la sensibilité *S* du capteur comme étant la pente à l'origine de la courbe de réponse du capteur. Les courbes que nous avons obtenues, comme celles de la littérature, nous permettent d'estimer que le capteur sera utilisable sur une étendue de mesure obtenue pour 95% de la variation de capacité maximale, soit, pour notre

modèle, à 3 fois la pression *Pc* correspondant à l'intersection de la pente de sensibilité initiale avec la variation de capacité maximale.

c. Résultats

Les capteurs de pression flexibles fabriqués avec des films de PDMS massif et microporeux 4:1 et 6:1 ont été caractérisés de façon électromécanique, en appliquant 3 cycles consécutifs de charge et de relâchement dans une étendue de mesure en pression normale de 0 à 500 kPa . La figure 6 montre les performances électromécaniques du capteur en fonction du rapport volumique sucre:PDMS utilisé pour fabriquer la mousse. Une porosité élevée (par exemple Φ = 85,18% pour un rapport 6:1) conduit à une grande sensibilité du capteur (S = 11,62%/kPa), nettement plus élevée que la sensibilité obtenue pour des capteurs à couche diélectrique PDMS massive (0,14%/kPa) et à une étendue de mesure réduite (EM = 165 kPa, contre 594 kPa pour le film de PDMS massif).

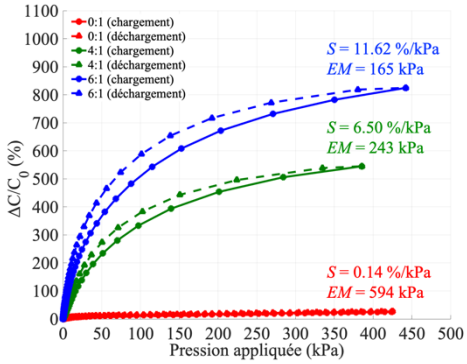
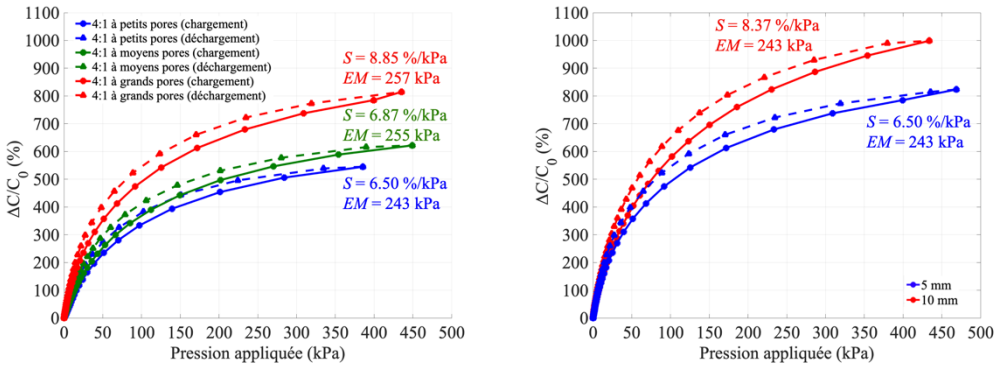


Figure 6. Variation de la capacité du capteur pour différents films diélectriques déformables en fonction du rapport volumique sucre:PDMS

Nous observons également que l'application de la pression et son retrait donnent lieu à des trajectoires différentes. Ces hystérésis ont été calculées comme étant la différence entre la surface sous les courbes de charge et de relâchement, exprimée en pourcentage (Cf. Tableau 2). Les hystérésis calculées étant toujours inférieure à 12,33 %, la sensibilité du capteur et l'étendue de mesure en pression ont été estimées à l'aide du modèle ajusté à la courbe de charge et de relâchement moyenne.



(**a**) (**b**)

Figure 7. Variation de la capacité du capteur pour différents films diélectriques déformables (a) en fonction de la taille des pores ; (b) en fonction de l'épaisseur du film pour PDMS poreux 4:1 à petits pores

Tableau 2. Variation de la pression caractéristique (Pc), étendue de mesure en pression (EM), sensibilité (S) et hystérésis du PDMS microporeux en fonction de la porosité.

Rapport volumique sucre : PDMS	Taille des grains de sucre (µm)	Φ (%)	P_C (kPa)	EM (kPa)	S (%/kPa)	Hysteresis (%)
0:1 (massif)	Pas de grain	0	198	594	0,14	8,85
4:1 (mousse) 5 mm	470 ± 100	78,58 ± 3,11	81	243	6,50	5,60
	700 ± 230	81,17 ± 1,46	85	255	6,87	5,43
	1100 ± 330	82,04 ± 1,74	86	258	8,85	5,32
4:1 (mousse) 10 mm	470 ± 100	78,64 ± 0,17	81	243	8,37	5,95
	700 ± 230	78,70 ± 0,43	85	255	7,54	7,23
	1100 ± 330	80,70 ± 0,66	96	289	9,65	6,28

6:1 (mousse)	470 ± 100	81,96 ± 1,46	55	165	11,62	6,42
5 mm	700 ± 230	84,36 ± 0,64	61	183	13,07	4,58
6:1 (mousse)	470 ± 100	84,03 ± 0,72	76	228	8,28	11,73
10 mm	700 ± 230	85,23 ± 0,62	64	192	15,58	5,11

L'utilisation de différentes tailles de pores font également apparaitre un comportement différent (Cf. Figure 7.a). Pour un même rapport volumique sucre:PDMS (4:1), une augmentation de la taille des grains de sucre (i.e. taille des pores) conduit à augmenter la sensibilité des capteurs (de 6,5 %/kPa à 8,85 %/kPa) sans modifier substantiellement l'étendue de mesure en pression, de l'ordre de 250 kPa (Cf. Tableau 2).

Nous avons également observé les performances électromécaniques du capteur en fonction de l'épaisseur du film diélectrique pour un même rapport volumique sucre:PDMS et une même taille de pores (Cf. Figure 7.b). Une augmentation de l'épaisseur de 5 à 10 mm, permet une amélioration de la sensibilité en conservant une même étendue de mesure en pression, de l'ordre de 250 kPa pour un rapport volumique 4:1 (Cf. Tableau 2).

5. Conclusion

Le PDMS poreux a été obtenu en contrôlant la taille et la quantité de sucre. Les caractérisations électromécaniques ont été réalisées sur différentes mousses de PDMS à porosité variable. Un modèle de caractérisation non linéaire a été développé pour pouvoir déterminer la sensibilité et l'étendue de mesure du capteur de pression capacitif de façon arbitraire. Les caractérisations électromécaniques ont montré que la sensibilité des capteurs de pression à base de PDMS augmente, passant de 0,14 %/kPa à 15,58 %/kPa, lorsque la porosité de la couche diélectrique augmente, de 0% à plus de 85%, en maintenant approximativement l'étendue de mesure. Le contrôle de la porosité dans le processus de fabrication des capteurs à base de PDMS poreux, associé au modèle non linéaire proposé, ouvre la voie à la conception de capteurs capacitifs flexibles de haute sensibilité. L'ajout d'une détection en cisaillement (X et Y) permettra une application pertinente dans la surveillance en temps réel de l'activité du corps humain.

6. Références

1. S. Patel, H. Park, P. Bonato, L. Chan, and M. Rodgers, "A review of wearable sensors and systems with application in rehabilitation," *J. Neuroeng. Rehabil.*, vol. 9, no. 1, p. 21, 2012.

2. K. F. Lei, K. F. Lee, and M. Y. Lee, "Development of a flexible PDMS capacitive pressure sensor for plantar pressure measurement," *Microelectron. Eng.*, vol. 99, pp. 1–5, 2012.

3. J. Al, A. A. Dehghani-sanij, E. A. Nelson, and J. Hutchinson, "Medical Engineering & Physics Effect of bandage thickness on interface pressure applied by compression bandages," *Med. Eng. Phys.*, vol. 34, no. 3, pp. 378–385, 2012.

4. T. Q. Trung and N. E. Lee, "Flexible and Stretchable Physical Sensor Integrated Platforms for Wearable Human-Activity Monitoringand Personal Healthcare," *Adv. Mater.*, vol. 28, no. 22, pp. 4338–4372, 2016.

5. T. H. N. Dinh, E. Martincic, E. Dufour-Gergam, and P. Y. Joubert, "Experimental study of PDMS mechanical properties for the optimization of polymer based flexible pressure micro-sensors," *J. Phys. Conf. Ser.*, vol. 757, no. 1, pp. 6–12, 2016.

6. S. C. B. Mannsfeld *et al.*, "Highly sensitive flexible pressure sensors with microstructured rubber dielectric layers," *Nat. Mater.*, vol. 9, no. 10, pp. 859–864, 2010.

7. J. Il Yoon, K. S. Choi, and S. P. Chang, "A novel means of fabricating microporous structures for the dielectric layers of capacitive pressure sensor," *Microelectron. Eng.*, vol. 179, pp. 60–66, 2017.

8. A. Chhetry, H. Yoon, and J. Y. Park, "A flexible and highly sensitive capacitive pressure sensor based on conductive fibers with a microporous dielectric for wearable electronics," *J. Mater. Chem. C*, vol. 5, pp. 10068–10076, 2017.

9. P. J. Tsai, S. Nayak, S. Ghosh, and I. K. Puri, “Influence of particle arrangement on the permittivity of an elastomeric composite,” *AIP Adv.*, vol. 7, no. 1, pp. 1–8, 2017.

Puce microfluidique instrumentée pour la caractérisation HyperFréquence de fluides par spectroscopie diélectrique

H. MARIAM[(1)], P. POULICHET[(1)], H. TAKHEDMIT[(1)], L. ROUSSEAU[(1)], B. LEPIOUFLE[(2)], A. EL FELLAHI [(2)] E. RICHALOT[(1)], O. FRANCAIS[(1)]

[(1)] Université Paris-Est, ESYCOM (EA2552), UPEMLV, ESIEE-Paris, CNAM F-77454 Marne-la-Vallée, France

[(2)] SATIE UMR 8029 - ENS Paris Saclay

1. Introduction :

La caractérisation de matériaux en spectroscopie diélectrique par réflectométrie fréquentielle est un procédé connu qui permet la caractérisation de milieux homogènes, inhomogènes et/ou poreux (béton, milieux biologiques, …). Plusieurs technologies sont présentées dans la littérature, chaque technologie se base sur une méthode d'analyse différente opérée sur une bande de fréquence définie et une zone sensible considérée (volume d'analyse) [1-4]. A l'aide des microtechnologies, il est possible de proposer un capteur miniaturisé dédié à l'analyse de milieux liquides et/ou biologiques s'appuyant sur ce principe. Développé en technologie coplanaire, le biocapteur microfluidique présenté dans cet article est utilisé dans la gamme de fréquence 100 MHz – 8 GHz et permet l'analyse d'échantillons présentant un volume très inférieur au microlitre. Il vise à terme l'analyse d'échantillons biologiques, à l'échelle de la cellule unique, pour en extraire leurs propriétés diélectriques spécifiques de leur état physiologique.

2. Principe de la puce microfluidique instrumentée

Le capteur est constitué d'une ligne à effet de bout (ligne ouverte) combinée à un canal microfluidique (Fig. 1). L'interaction entre l'onde électromagnétique hyperfréquence et le liquide au sein du canal microfluidique est dépendante des propriétés diélectriques du milieu. A partir de la mesure du coefficient de réflexion S_{11}, il est possible d'extraire la permittivité complexe du milieu et ceci pour une large bande de fréquence. Afin de concevoir et analyser le dispositif hyperfréquence, nous avons utilisé le simulateur électromagnétique 3D HFSS © de la société ANSYS. Le choix de la technologie coplanaire pour la détection capacitive facilite la co-intégration avec le canal microfluidique, placé en bout de ligne. Le canal microfluidique est réalisé en résine épaisse SU8. La puce est ensuite packagée sur un support PCB intégrant un connecteur SMA (Fig.1) pour la mesure à l'aide d'un analyseur de réseau vectoriel (VNA : Vector Network Analyser). La simulation électromagnétique montre que le champ électrique est fortement concentré dans le canal sur une épaisseur de 10 µm environ au-dessus de l'extrémité de la ligne, et ceci sur une largeur de 150 µm, ce qui donne un volume d'analyse autour de $0.35\ nL$.

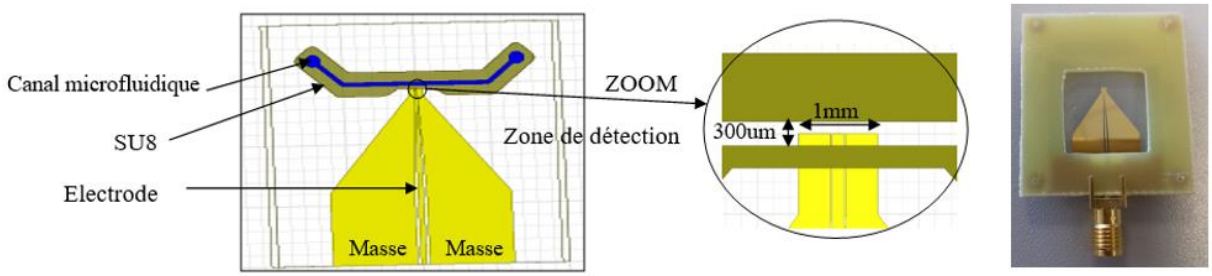


Figure 1. (a) Schéma du dispositif en vue de dessus, (b) capteur fabriqué et packagé

3. Méthode de caractérisation diélectrique par inversion du coefficient de réflexion

La caractérisation de la permittivité diélectrique du milieu sous test s'appuie sur l'analyse de la mesure du coefficient de réflexion S_{11} de la puce microfluidique et nécessite une phase de calibrage avec au moins trois milieux de référence qui ont un comportement bien connu dans la littérature (i.e air, eau déionisée, acétone). L'équation suivante décrit une relation linéaire entre le coefficient de réflexion mesuré S_{11} et la permittivité relative complexe $\varepsilon_r^* = \varepsilon_r' - j\varepsilon_r''$ du milieu sous test [1, 5, 6] :

$$\varepsilon_r^* = \frac{c_1 S_{11} - c_2}{c_3 - S_{11}} \tag{1}$$

Où c_1, c_2 et c_3 sont des nombres complexes déterminés par la mesure des coefficients de réflexion S_{11} des milieux de référence (Eq. 1) :

$$\begin{cases} S_{11}^{O} c_1 - c_2 - \varepsilon_{r,o}^* c_3 = \varepsilon_{r,o}^* S_{11}^{O} \\ S_{11}^{W} c_1 - c_2 - \varepsilon_{r,w}^* c_3 = \varepsilon_{r,w}^* S_{11}^{W} \\ S_{11}^{L1} c_1 - c_2 - \varepsilon_{r,L1}^* c_3 = \varepsilon_{r,L1}^* S_{11}^{L1} \\ \vdots \\ S_{11}^{LN} c_1 - c_2 - \varepsilon_{r,LN}^* c_3 = \varepsilon_{r,LN}^* S_{11}^{LN} \end{cases} \tag{2}$$

Ce système d'équations (2) peut être réécrit sous forme matricielle comme suit :

$$\begin{pmatrix} S_{11}^{O} - 1 - \varepsilon_{r,O} \\ S_{11}^{W} - 1 - \varepsilon_{r,W}^* \\ S_{11}^{L1} - 1 - \varepsilon_{r,L1}^* \\ \dots \\ S_{11}^{LN} - 1 - \varepsilon_{r,LN}^* \end{pmatrix} \begin{pmatrix} c_1 \\ c_2 \\ c_3 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} -\varepsilon_{r,O} S_{11}^{O} \\ -\varepsilon_{r,W}^* S_{11}^{W} \\ -\varepsilon_{r,L1}^* S_{11}^{L1} \\ \dots \\ -\varepsilon_{r,LN}^* S_{11}^{LN} \end{pmatrix} \iff Mc = e \tag{3}$$

Dans ce cas, la matrice *c* sera calculée numériquement par la relation $c = M^{-1}e$. Ensuite, la permittivité relative complexe ε_r^* d'un échantillon inconnu sera obtenue par la mesure du coefficient de réflexion S_{11} en utilisant l'équation (1).

Le dispositif proposé (section 2) a tout d'abord été simulé avec HFSS pour des milieux sous test de permittivités diélectriques connues. La figure 2(a) représente l'évolution des coefficients de réflexion S_{11} simulés selon les milieux. Sur la figure 2(b), les parties réelle et imaginaire des permittivités diélectriques des différents milieux obtenus par le modèle de Debye [7-10] (courbes théoriques) sont présentées. Ces valeurs sont comparées aux permittivités diélectriques complexes extraites des paramètres S_{11} obtenus par simulation du capteur avec HFSS après la phase de post-traitement exposée ci-dessus [1]. On obtient une bonne adéquation entre les permittivités diélectriques ainsi estimées et celles, théoriques, ayant alimenté le modèle HFSS. Ceci démontre la pertinence du capteur développé associé à la méthode d'extraction utilisée pour déterminer le modèle de Debye représentatif des milieux testés considérés, et ceci sur une large bande de fréquence allant de 1 MHz à 20 GHz. Ces résultats valident ainsi la méthode d'analyse des propriétés diélectriques des fluides de comportements différents, qui repose sur des mesures de réflectométrie au moyen d'une puce microfluidique ; ces résultats valident également la méthode d'extraction des constantes diélectriques à partir d'une phase de calibrage avec des milieux de référence.

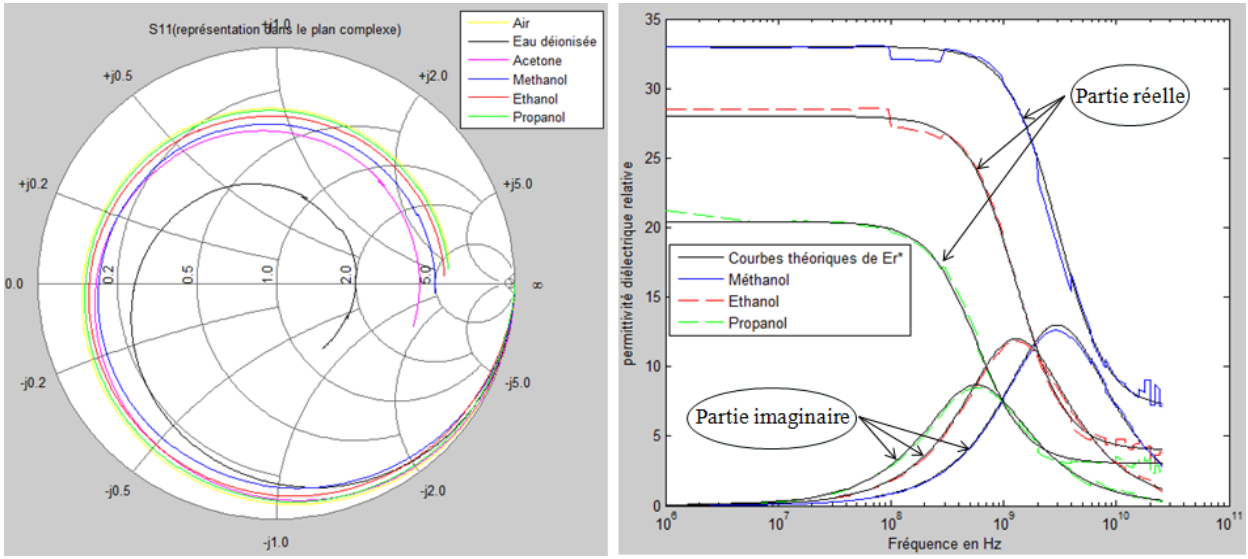


Figure 2. (a) représentation des coefficients de réflexion S_{11} simulés sur l'abaque de Smith, (b) propriétés diélectriques des différents milieux théoriques ou extraites des simulations sur HFSS

4. Résultats

Des premières mesures ont été réalisées au moyen d'un banc instrumenté mettant en œuvre la puce décrite en section 2 (Fig. 1). Le coefficient de réflexion S_{11} est mesuré à l'aide d'un analyseur de réseaux vectoriel (PNA E8361C de Keysight) entre 30 MHz et 8 GHz. Selon les milieux mesurés (air, eau déionisée, acétone, méthanol et éthanol), l'onde réfléchie S_{11} se positionne différemment sur l'abaque de Smith conformément aux propriétés diélectriques des différents milieux testés (Fig. 3.a).

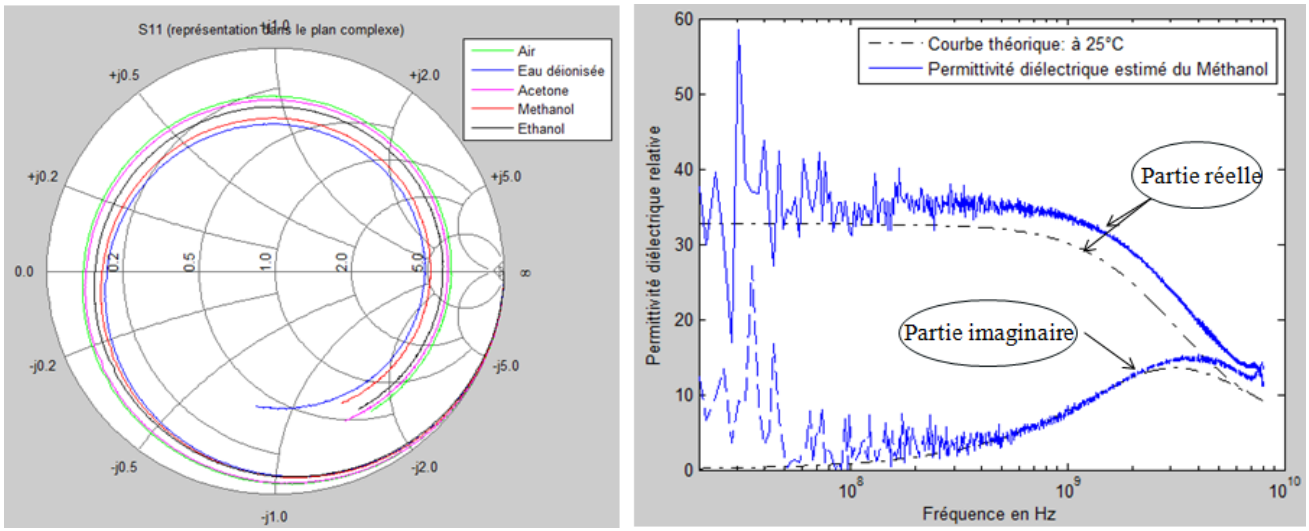


Figure 3. (a) représentation des coefficients de réflexion S_{11} mesurés sur l'abaque de Smith, (b) parties réelle et imaginaire de la permittivité diélectrique du méthanol théoriques ou extraites de la mesure

En utilisant les résultats obtenus avec l'air, l'eau déionisée et l'acétone comme les références pour le calibrage du modèle de la permittivité complexe du fluide sous test (Eq. 1), des premiers résultats de caractérisation de la permittivité diélectrique du méthanol ont été obtenus ; ils sont présentés sur la figure 3.b. On retrouve un comportement du type de Debye avec une constante de relaxation proche du comportement attendu (41.6 *ps* contre 45.6 *ps* en

théorie). Néanmoins, la permittivité est supérieure à celle attendue (36.0 contre 31.7) et s'explique ici par la procédure de calibrage qui nécessite un bon nettoyage de la zone de mesure entre chaque étape ainsi qu'une bonne maitrise de la zone du capteur impactée par le liquide.

5. Discussions

Les résultats prometteurs obtenus en simulation et mesure ont permis de valider à la fois la géométrie du capteur proposée et la méthode d'extraction des propriétés diélectriques. Afin d'augmenter la sensibilité du capteur, il serait nécessaire de s'affranchir de la transition vers le connecteur SMA rendue nécessaire par le dispositif de mesure. Pour cela, un redimensionnement de la puce est envisagé de façon à permettre des mesures sous pointes au niveau de l'accès coplanaire.

6. Références

1. N. Wagner, M. Schwing and A. Scheuermann, "Numerical 3-D FEM and Experimental Analysis of the Open-Ended Coaxial Line Technique for Microwave Dielectric Spectroscopy on Soil" IEEE Geoscience and Remote Sensing Society, 22 March 2013.
2. C. Dalmay, A. Pohier, M. Cheray, F. Lalloue, M-O. Jauberteau, P. Blondy : « Label Free RF Biosensors for Human Cell Dielectric Spectroscopy», Int. J. Microwave and. Wireless Technologies., 2009, Vol. 1, pp. 497-504.
3. M. Hofmann, G. Fischer, R. Weigel, and D. Kissinger, "Microwave-based noninvasive concentration measurements for biomedical applications," IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 61, no. 5, pp. 2195–2204, 2013.
4. Basics of measuring the dielectric properties of materials, Agilent Note, Agilent Technologies, 2006.
5. P. Debye, Ver. Deut. Phys. Gesell. 15, 777; reprinted 1954 in collected papers of Peter J.W. Debye Interscience, New York. 1913.
6. P. Debye, "Polar molecules.," J. Soc. Chem. Ind., vol. 48, no. 43, pp. 1036–1037, Oct. 1929.
7. A. P Gregory: « Tables of the complex permittivity of dielectric reference liquids at frequencies up to 5 GHz», National Physical Laboratory, January 2012.
8. U. Kaatze, "Non-conducting and conducting reference liquids for the calibration of dielectric measurement systems," in Proc. 7th Int. Conf. Electromagn. Wave Interact. Water Moist Substances, 2007, pp. 3–11.
9. W. J. Ellison, "Permittivity of pure water, at standard atmospheric pressure, over the frequency range 0–25 THz and the temperature range 0–100 °C," J. Phys. Chem. Ref. Data, vol. 36, no. 1, pp. 1–18, Mar. 2007.
10. R. Buchner and G. Hefter, "Interactions and dynamics in electrolyte solutions by dielectric spectroscopy," Phys. Chem. Chem. Phys., vol. 11, no. 40, pp. 8984–8999, Jul. 2009.

Métrologie et instrumentation aux nano échelles,

Résumé In Vino Veritas : Situé à la confluence de deux domaines d'excellence Français, **Le vin et la photonique,** IN VINO VERITAS ambitionne de développer un instrument innovant pour le suivi du développement microbiologique des vins, en particulier l'évolution des populations de levures et des bactéries d'altération, dont *Brettanomyces bruxellensis* responsable de l'altération organoleptique des vins. Le but du projet est donc de développer un outil de contrôle microbiologique des vins simple, utilisable sur site, peu coûteux, et accessible au plus grand nombre d'établissements. Le dispositif IN VINO VERITAS est basé sur une technique optique de diffusion dynamique de la lumière (DLS) utilisée généralement en laboratoire pour caractériser la distribution granulométrique (taille) de suspensions colloïdales. Grâce à sa sonde optique fibrée immergeable l'instrument sera conçu pour le suivi sur site de développement microbiologique (levures et bactéries) des vins pendant les phases d'élevage et de maturation en barrique sans prélèvement de d'échantillon. Destiné à une utilisation dans les chais et en laboratoire, cet instrument sera un nouvel outil d'aide à la décision pour le vinificateur par le suivi des populations de microorganismes pendant la période d'élevage des vins. Le marché ciblé est celui des producteurs de vins en chais, les coopératives et les laboratoires d'œnologie en France et à l'international.

Instrumentation multi scpetrale, multi échelle

Imagerie thermo-spectroscopique InfraRouge d'un processus de séchage microfluidique.

M. Lehtihet*[1,2], *J. Leng*[1], *S. Kirchner*[1,2], *A. Sommier*[2], *C. Pradère* [2]

(1) CNRS, Solvay, LOF, UMR No 5258 33600 Pessac, France

(2) I2M TREFLE, UMR CNRS No 5295, Esplanade des Arts et Métiers, 33405 Talence, France

Introduction :

La mesure et la cartographie en temps réel de la quantité d'eau restante au sein d'un film de fluide complexe en cours de séchage reste une mesure difficile mais de grand intérêt pour l'industrie. La spectroscopie Raman permet une résolution spatiale élevée mais est limitée par des temps d'acquisition longs pour imager une goutte entière de dispersion, est réalisée point par point, et n'est pas une technique adaptée aux solvants opaques à la gamme de longueur d'onde étudiée. Nous proposons ici une technique d'imagerie fonctionnant dans la gamme infrarouge permettant une estimation quantitative des champs de concentration et de température pour la plupart des systèmes considérés, avec des temps d'acquisition rapides. Ce dispositif est particulièrement adapté aux solutions aqueuses qui représentent un défi en terme de spectroscopie infrarouge. Enfin, pour étendre la sensibilité de cet imageur à l'épaisseur de l'échantillon considéré, nous présentons ici une technique de tomographie 3D IR et thermique s'inspirant de la microscopie confocale permettant d'obtenir des informations à la fois sur la composition et les propriétés thermiques volumiques d'un échantillon.

1. Thermo-spectromètre imageur et séchage confiné d'une dispersion colloïdale

Un thermo-spectroscope imageur (figure 1) fonctionnant dans une large bande IR (1 à 13 µm) situé au département TREFLE de l'I2M est utilisé ici pour observer le séchage d'une dispersion colloïdale de nanoparticules de silice, en mode transmission et émission. La particularité de ce dispositif réside dans le fait qu'il nous permet une acquisition d'images d'intensité transmise par la dispersion, donnant des informations sur la composition chimique locale, et d'images d'émission propre du système [1], permettant une estimation du champ de température, le tout de façon multi-spectrale et multi-échelle. Une lampe IR émettant un rayonnement de λ = 400 nm à 20 µm est utilisée ici et une caméra FLIR InSb permet de collecter le faisceau transmis et l'émission propre (de 2 à 6 µm). Cette technique a ainsi été utilisée afin d'imager le séchage d'une dispersion colloïdale de nanoparticules de silice. Une goutte de 1 µL d'une dispersion de nanoparticules de silice est confinée (environ 20 nm de diamètre et une fraction volumique initiale d'environ 20 %) entre deux wafers de silicium séparés par un spérateur d'environ 50 µm. Le séchage a lieu à la périphérie de la goutte uniquement et une réduction du volume de la goutte ainsi qu'une augmentation de la concentration en silice s'observe donc, sur une durée totale d'environ 3 heures [2]. Le thermo-spectroscope IR permet d'imager chaque étape de ce séchage avec une résolution d'environ 20 µm par pixel et une durée d'acquisition de 15 secondes. Les images peuvent ensuite être compilées pour réaliser des films (figure 2) du séchage à toutes les longueurs d'ondes utilisées, permettant ainsi la mesure de spectres de mélange en chaque pixel de la goutte.

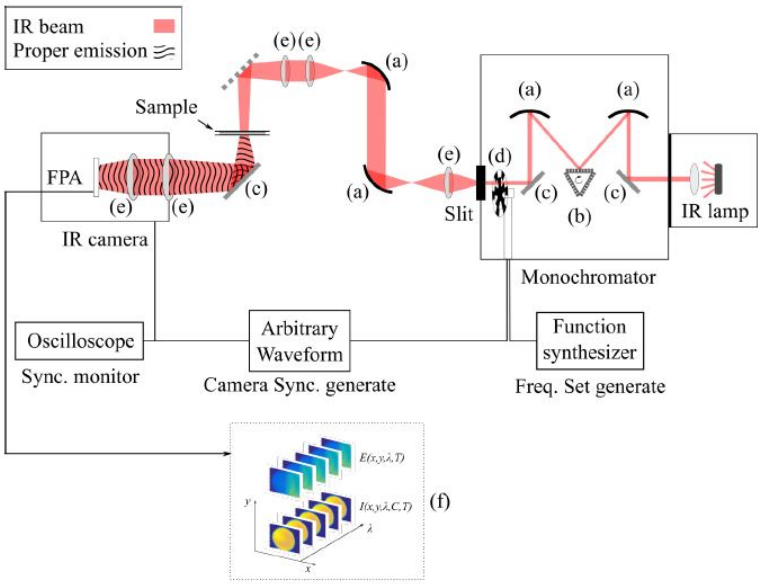


Figure 1 : Schéma du set-up de thermo-spectroscopie. La synchronisation de la caméra IR et du chopper à l'intérieur du monochromateur permet une acquisition simultanée de la transmission IR et de l'émission propre de l'échantillon étudié.

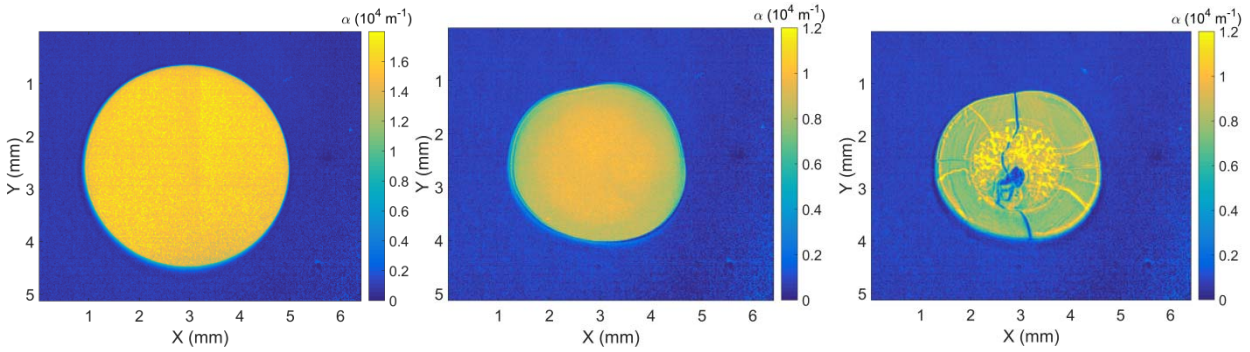


Figure 2 : Images d'absorbance obtenues en plusieurs instants du séchage de la goutte à une longueur d'onde de 4 µm. Du fait de l'évaporation de l'eau au cours du temps, l'absorbance du mélange chute. L'image au centre permet une visualisation de gradients d'absorbance du centre au bord de la goutte. Ces images sont ensuite traitées par une méthode inverse de démélange spectral pour estimer en chaque pixel la fraction molaire en silice.

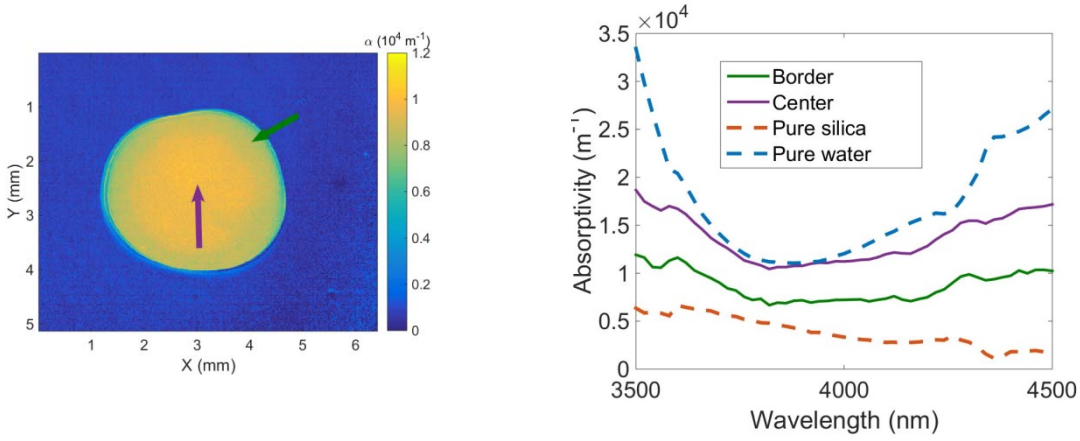


Figure 3 : Spectres mesurés en deux pixels de la goutte, un au centre (violet) et un proche du bord (en vert). Les courbes en pointillés sont les spectres d'absorbance de l'eau pure (bleu) et de la silice pure (en orange). Le spectre du pixel au centre de la goutte suggère une quantité d'eau plus importante car le spectre mesuré se rapproche de celui de l'eau.

Afin de pouvoir estimer de façon quantitative les fractions molaires en chaque composant partout dans la goutte, nous utilisons une méthode inverse de démélange spectral où le spectre de mélange mesuré en un pixel est exprimé comme une combinaison linéaire des spectres de l'eau pure et de la silice pure, de la façon suivante :

$$A_{mesuré} = a\,A_{eau} + b\,A_{silice} \tag{1.1}$$

où a et b sont respectivement les coefficients d'abondance de l'eau et de la silice, A_{eau} et A_{silice} sont les spectres d'absorbance de l'eau et de la silice pure dans la gamme de longueur d'onde considérée (représentés en pointillés sur la figure 3). Ces coefficients d'abondance sont des quantités mesurant la déviation du spectre mesuré par rapport au spectre du composant pur, reliés à la fraction molaire en chaque composant par la relation suivante :

$$x_{silice} = \frac{b\,c_{silice}^{pure}}{a\,c_{eau}^{pure} + b\,c_{silice}^{pure}} \tag{1.2}$$

Ainsi, la fraction molaire en silice peut être estimée en chaque pixel de la goutte, permettant la visualisation de profil de concentration en représentant cette grandeur le long d'un rayon de la goutte.

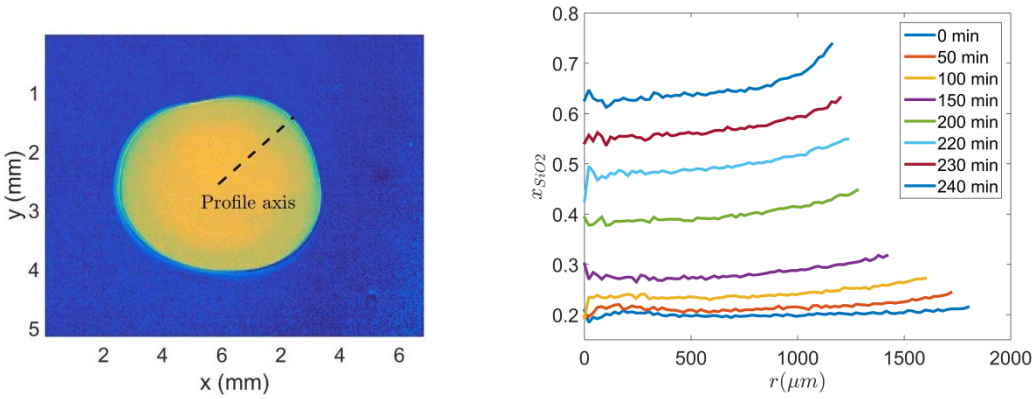


Figure 4 : Profil de concentration en silice le long d'un rayon de la goutte, en plusieurs instant de son séchage. Au fur et à mesure de l'évaporation du solvant, la fraction molaire en silice augmente partout et des gradients de concentration d'une amplitude d'environ 0.1 s'établissent du centre au bord de la goutte.

Les profils de concentration ainsi représentés mettent en évidence des gradients de concentration en nanoparticules de silice, s'étendant du centre au bord de la goutte. Cette observation a déjà été réalisée dans [2], par spectroscopie Raman, à la différence que par cette technique il était nécessaire de réaliser plusieurs mesures point par point le long d'un diamètre de la goutte avec de longs temps d'acquisition tandis que par notre méthode d'imagerie IR, le champ de concentration entier est acquis en environ 15 secondes pour balayer une centaine de longueurs d'onde. De plus, aucun signal n'existe dans la gamme de longueur d'onde étudiée par spectroscopie Raman (entre 2500 et 4000 cm^{-1}) de la part des nanoparticules de silice et le champ de concentration est alors obtenu par complémentarité avec celui de l'eau. Par cette nouvelle technique d'imagerie IR, un signal de la part de la silice existe et est utilisable pour l'estimation du champ de concentration et ce malgré le solvant opaque, témoignant ainsi de la bonne sensibilité de notre système en terme de spectre. Cette technique nécessite cependant la connaissance de spectres de référence (spectres des composant purs). Le spectre de la silice pure a

été estimé par la mesure du spectre de mélange de 7 dispersions de silice de concentrations différentes et la connaissance du spectre de l'eau pure. Cette estimation reste discutable et il serait d'intérêt de confronter ces résultats obtenus par démélange spectral à la méthode d'auto-calibration [2] permettant une estimation de la fraction volumique moyenne en colloïdes par la mesure de la cinétique de séchage de la goutte sans connaître au préalable le spectre des colloïdes.

2. Technique de tomographie IR et thermique.

La technique d'imagerie IR présentée dans la section précédente reste confinée dans un plan de l'échantillon considéré et est par conséquent aveugle aux éventuelles hétérogénéités pouvant intervenir dans son épaisseur. Nous nous sommes penchés sur une seconde technique de tomographie IR et thermique en s'inspirant du protocole technique de la microscopie confocale, utilisée pour la représentation 3D de systèmes fluorescents. Le thermo-spectromètre imageur est de nouveau utilisé, à la différence que l'échantillon est placé cette fois à la verticale face à la caméra à l'aide d'un porte-échantillon, et un moteur micrométrique est utilisé pour le déplacer à travers le plan focal de la caméra IR. Pendant ce déplacement, l'échantillon est illuminé par une longueur d'onde dans l'IR et une image d'intensité transmise et d'émission propre est acquise en chaque position de l'échantillon, en synchronisant la caméra IR avec le déplacement du moteur.

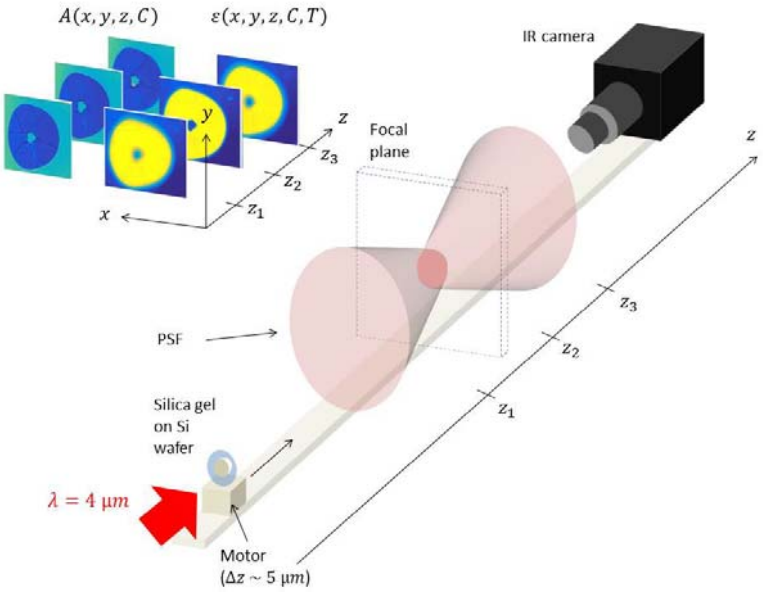


Figure 5 : Schéma du protocole de tomographie IR et thermique. L'échantillon (ici le résultat final d'un séchage d'une dispersion aqueuse de silice) est déplacé à travers le plan focal de la caméra. Les images acquises sont alors convoluées par une fonction d'étalement (représentée ici en rose) décrivant le flou progessif lié à la distance de l'échantillon par rapport au plan focal.

Cependant, les images acquises subiront un effet de flou avant et après le plan focal de la caméra, et ce suivant une fonction d'étalement PSF (point spread function en anglais) intrinsèque au dispositif. Cette fonction d'étalement peut être qualitativement décrite comme la distribution d'intensité lumineuse du point de vue de la caméra. Cet effet de flou correspond mathématiquement à une convolution des images acquises par la caméra par cette fonction d'étalement ou PSF :

$$A_{mesuré}(x,y) = PSF * A_{net}(x,y)$$
$$\varepsilon_{mesuré}(x,y) = PSF * \varepsilon_{net}(x,y) \quad (2.1)$$

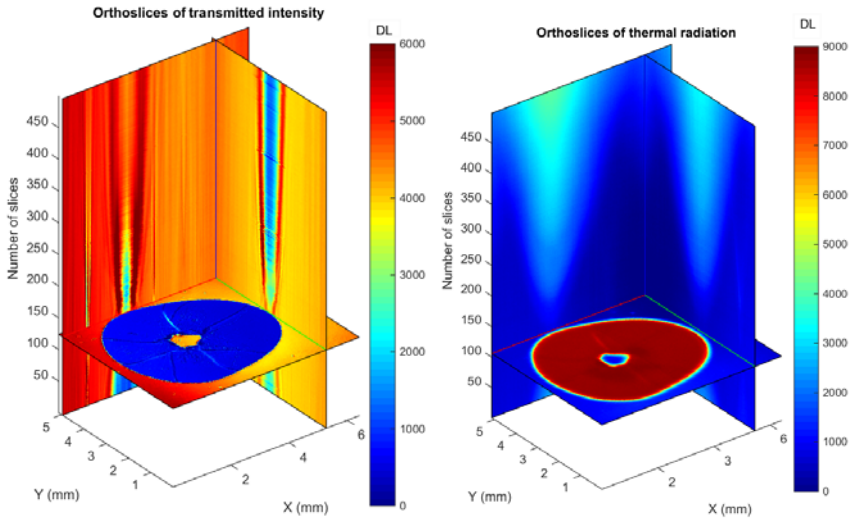


Figure 6 : Empilement des images acquises par tomographie de l'émissivité d'un gel de silice poreux et de l'intensité transmise. L'unité correspond ici à des DL (Digital Level), unité de mesure d'intensité lumineuse de la caméra IR. La visualisation des plans selon z en des points au bord de la goutte permettent une visualisation qualitative de la PSF convoluant les images.

Une déconvolution mathématique est alors nécessaire pour s'affranchir de cet effet de flou et récupérer des images nettes, à partir d'une simulation numérique de la PSF. La PSF et l'étape de déconvolution sont réalisées sur ImageJ, à l'aide des plugins PSFGenerator et DeconvolutionLab2 [3]. La PSF est créée numériquement à partir de paramètres propres au thermo-spectromètre imageur comme son ouverture numérique (NA ~ 0.52), la longueur d'onde utilisée, la résolution dans le plan (environ 20 µm par pixel, la distance entre chaque sections optiques (pas du moteur environ égal à 5 µm). Un algorithme de Richardson-Lucy est utilisé pour réaliser la déconvolution des images et retrouver des images nette, ensuite empilées pour retrouver le volume de l'échantillon. Cette procédure de tomographie a donc été appliquée sur le résultat final d'un séchage d'une goutte de dispersion de nanoparticules de silice, qui correspond à une gel poreux de silice avec des résidus d'eau éventuels et des fractures causées par la contrainte mécanique liées au passage d'une phase liquide à une phase gel confinée.

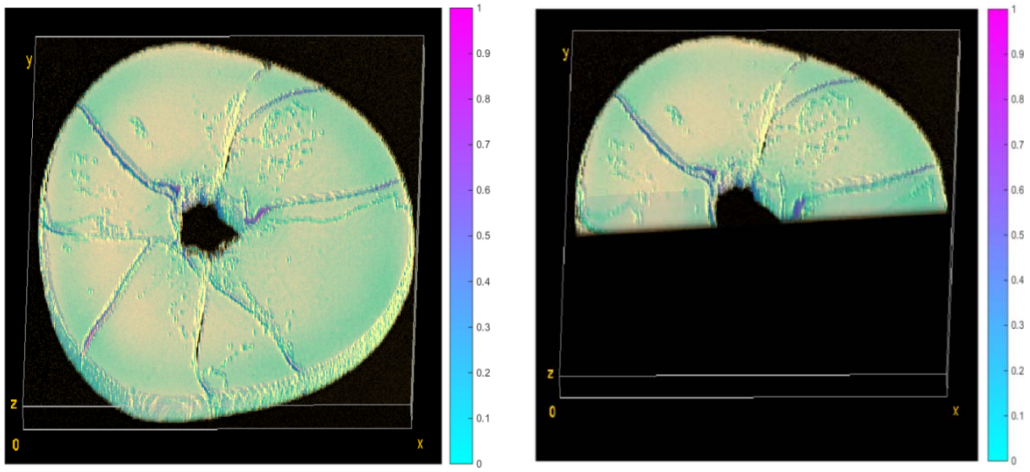


Figure 7 : Tomographie de l'absorbance du gel poreux de silice à une longueur d'onde de 4 µm. On peut observer les détails de rugosité sur la surface de l'échantillon ainsi que des fractures voire des trous. Des plans de coupe peuvent également être réalisés pour sonder l'absorbance à l'intérieur du gel.

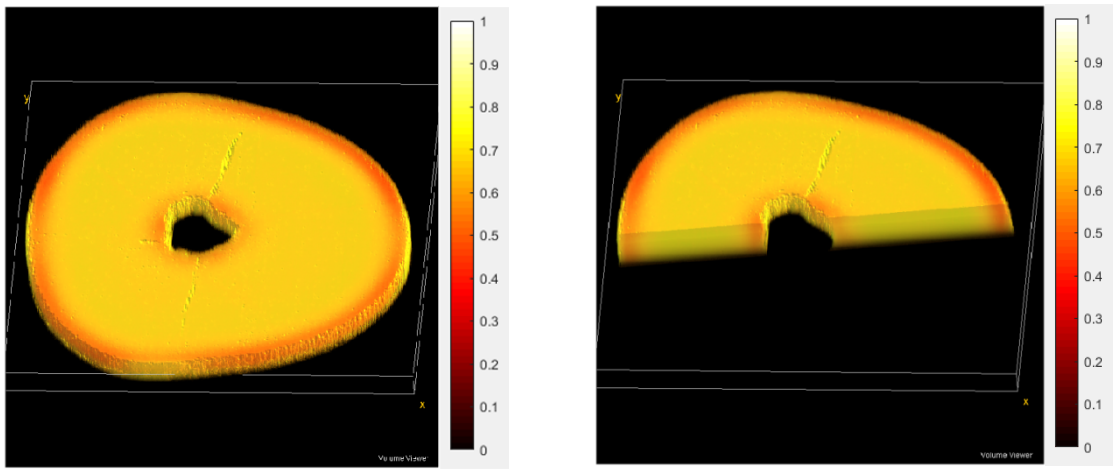


Figure 8 : Tomographie de l'émissivité du gel poreux. Une chûte de l'émissivité est observée sur les bords de la goutte, probablement liée à un artefact de déconvolution.

Conclusion

Nous présentons ici deux méthodes d'imagerie dans la gamme infrarouge 2D et 3D et les appliquons au cas modèle du séchage d'une dispersion de nanoparticules de silice. La première méthode d'imagerie permet l'observation quantitative du champ de concentration en silice en chaque instant du séchage de la goutte, permettant un suivi de la quantité d'eau restante dans la goutte de façon précise. Des gradients de concentrations sont mesurés ici avec une bonne résolution, et ce avec des temps d'acquisition surpassant ce qui est possible par spectroscopie Raman pour la goutte entière. Ensuite, une méthode de tomographie IR et thermique s'inspirant de la microscopie confocale est utilisée pour reconstruire le volume du résultat d'un séchage de dispersion, un gel poreux. Par cette méthode, des informations quantitatives sur la composition chimique et l'émissivité thermique à l'intérieur du gel peuvent être retrouvées. Pour la suite, il serait intéressant d'évoluer vers la tomographie dynamique permettant une reconstruction du volume de la goutte en plusieurs instants de son séchage. Egalement, l'étude de systèmes différents systèmes comme des hydrogels de PEGDA poreux imbibés d'eau est intéressante et représente un défi en terme de détermination des gradients de concentration liés à des contractions de l'hydrogel durant le séchage.

Références

1. S. Kirchner, A. Sommier, C. Pradère « Calibration procedure for attenuation coefficient… », Applied Spectroscopy (2017)
2. C. Loussert, A. Bouchaudy, J. Salmon, « Dryings dynamics of a charged colloidal dispersion in a confined drop », Physical Review Fluids 1, 084201 (2016
3. D. Sage, L. Donati, F. Soulez, DeconvolutionLab2: An Open-Source software for Deconvolution Microscopy, Methods-Image Processing for Biologists, vol. 115, 2017.

Instrumentation et imagerie médicale et biomédicale

Mesure photoacoustique de la diatténuation linéaire

Olivier Jacquin, Jérémie Mizutani, Olivier Hugon, Eric Lacot, Emmanuel Bossy

Univ.Grenoble Alpes, CNRS, Laboratoire Interdisciplinaire de Physique 38402 St-Martin d'Hères, France
»

1. Introduction : Imagerie photoacoustique et diatténuation

L'imagerie photoacoustique [1] connaît un grand engouement en imagerie de milieux biologiques depuis une quinzaine d'années. En effet, elle permet de coupler les propriétés de contraste des techniques d'imagerie d'absorption optique et les propriétés de pénétration/profondeur des techniques d'imagerie ultrasonore. Son principe repose sur la génération d'une onde acoustique par effet thermoélastique suite à une variation thermique engendrée par absorption optique modulé dans le temps. Si cette modulation est harmonique alors on parle d'imagerie photoacoustique dans le domaine fréquentiel [2] et le signal photoacoustique généré est également harmonique et de même fréquence que la modulation de l'absorption.

La diatténuation [3] linéaire d'un objet correspond à la variation de son absorption optique en fonction de l'orientation d'une polarisation rectiligne incidente. . Si on éclaire ce type d'objet (par exemple un polariseur) avec une polarisation rectiligne en rotation à une fréquence ΔF, la loi de malus nous enseigne alors que l'absorption est modulée à une fréquence $2\Delta F$, ce qui va se traduire par la génération d'une onde acoustique à la fréquence $2\Delta F$. En imagerie photoacoustique, la fréquence des ondes acoustiques générées et détectées est en générale de quelques mégahertz ([~1 Mhz ; ~20 Mhz). Pour pouvoir pour mesurer en photoacoustique la diatténuation dans cette gamme de fréquence, il est donc nécessaire de réaliser un montage optique capable de générer un faisceau optique avec une polarisation rectiligne tournant à une fréquence de quelques mégahertz. Nous proposons dans ce papier un tel dispositif optique, qui présente de plus l'avantage de ne pas générer de bruit électrique à la fréquence de mesure du signal photoacoustique.

2. Polarisation tournante : principe & montage

Le principe du dispositif optique repose tout simplement sur la somme cohérente de deux polarisations circulaires droite et gauche de même amplitude et contrôlées en phase. En effet, la somme de deux polarisations circulaires droite et gauche de mêmes amplitudes et déphasées dans le temps, génère une polarisation rectiligne qui tourne, dont l'angle de rotation $\theta(t)$ correspond au déphasage $\varphi(t)$. Ce déphasage $\varphi(t)$ est obtenu via un décalage en fréquence ΔF en utilisant deux modulateurs acousto-optiques (AOM) placés dans les bras d'un d'un interferometre de Mach Zehnder comme présenté sur la figure 1.

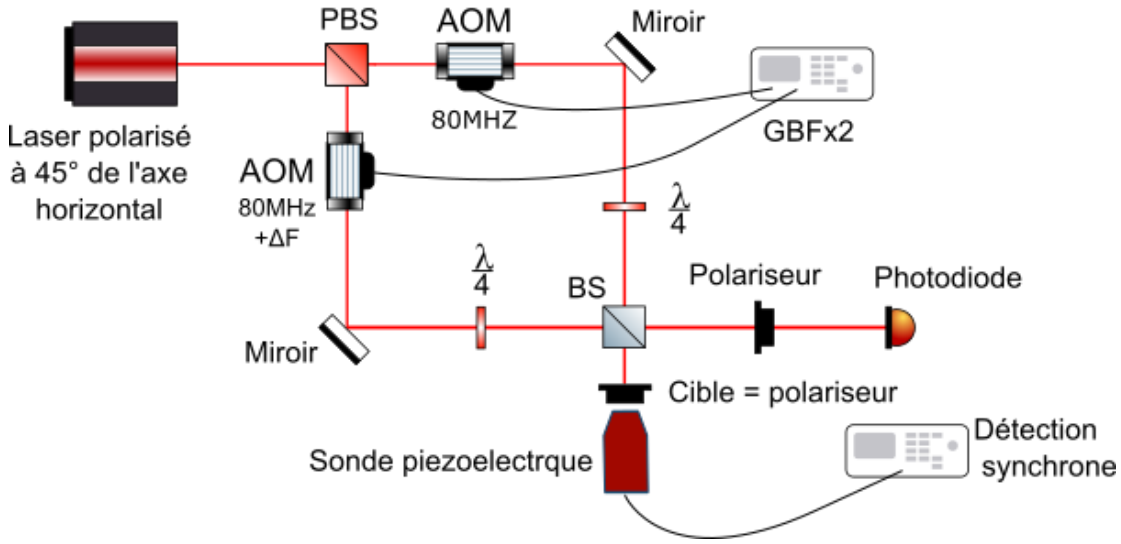


Figure 1. Montage optique. PBS : séparateur de polarisations, BS : séparateur de faisceaux, AOM : modulateur acousto-optique, GBFx2 : générateur de fonctions 2voies. λ/4: lame quart d'onde

Un faisceau laser polarisé à 45° est séparé en deux polarisations rectilignes orthogonales par un séparateur de polarisation à l'entrée du montage. Chacune de ces polarisations traverse un AOM utilisé en décaleur de fréquence. Les amplitudes phases et fréquences, des tensions appliquées sur les AOM permettent alors de contrôler la phase et l'amplitude de chacune des polarisations. Chacun des faisceaux issus des AOMs traverse une lame quart d'onde afin de générer respectivement dans chacun des bras une polarisation circulaire droite et gauche cohérente entre elles. Puis ces deux polarisations sont recombinées en sortie du montage pour générer une polarisation rectiligne tournante à la différence de fréquence RF (ΔF) des 2 AOMs. Un polariseur et une photodiode placés sur une des deux bras des sorties permet de monitorer l'état polarisation généré.

3. Mesures : cible & signal photoacoustique

Afin de valider la possibilité de réaliser une mesure photoacoustique de la diatténuation avec le montage de la figure 1, nous avons choisi comme cible un morceau de polaroïd derrière lequel nous avons placé un transducteur piezoélectrique (PZT) qui permet de mesurer des ondes acoustiques autour d'une fréquence de 2.25Mhz. Dans le montage de la figure 1, la différence de fréquence est alors réglé à ΔF=1,125Mhz, pour avoir une absorption de la cible modulé à la fréquence 2xΔF=2.25Mhz et générer ainsi une onde acoustique à cette fréquence. L'amplitude de cette onde est mesurée à l'aide d'une détection synchrone relié au PZT. L'amplitude de la tension d'un des AOM est modulée à 10Hz par un signal en créneaux ([0,V_{max}]), ce qui traduit par des cycles de polarisation constitués périodiquement (1/10 Hz) d'une polarisation rectiligne tournante et d'une polarisation circulaire, comme le montre le signal de la photodiode (cf-la courbe en trait plein- bleu sur la figure 2). La courbe en pointillée (rouge) montre le signal photoacoustique généré et mesuré, comme attendu il est nul pour une polarisation circulaire (absorption non modulée dans le temps) et non nulle pour une polarisation tournante qui génère une absorption modulée dans le temps.

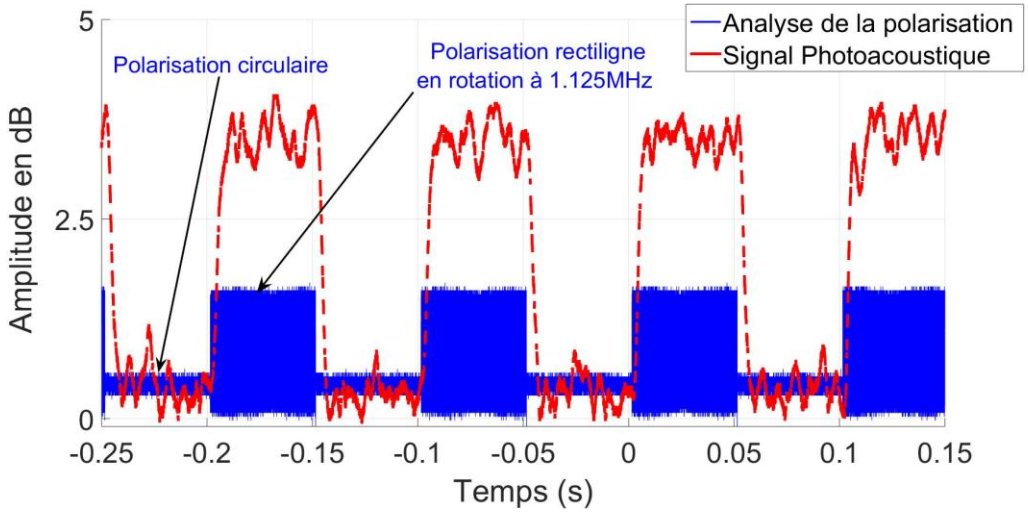


Figure 2. Mesure photoacoustique de la diatténuation d'un morceau de polaroïd

4. conclusion & perspectives

Le dispositif proposé permet de réaliser des mesures photoacoustiques de polarisation dans le domaine fréquentiel et plus précisément de la diatténuation linéaire. Ce dispositif doit donc permettre de réaliser des images photoacoustiques sur fond noir d'objet présentant une diatténuation linaire.

5. Références

1. P. Beard, "Biomedical photoacoustic imaging", Interface Focus", Vol.1, pp 602-631 (2011)
2. G. Langer B. Buchegger, J.Jacak, T. A. Klar and T. Berer,"Frequency domain photoacoustic and fluoresebce microscopy, " Biomed. Opt. Express Vol.7, pp 2692-2702 (2016)
3. M. Menzel, J. Reckfort, D. Weigand, H. Köse, K. Amunts, and M. Axer, "Diattenuation of brain tissue and its impact on 3D polarized light imaging," Biomed. Opt. Express Vol.8, pp 3163-3197 (2017)

Instrumentation en chimie, électrochimie

Mécanismes d'oxydation du laiton, du cuivre et du zinc en milieu confiné : Méthodologie de caractérisation de produits d'oxydation par des outils d'électrochimie, de spectroscopies Raman et Auger

Benart.S[(1)], Gaborieau. C[(1)], Anguy. Y[(1)], Thuilliez. A-L [(3)], Dufour. F[(3)]Touzet-Cortina. M[(2)]

(1) Univ. Bordeaux, CNRS, I2M Bordeaux, 351 cours de la Libération, F-33400 Talence, France
(2) Bordeaux INP, CNRS, I2M Bordeaux, 351 cours de la Libération, F-33400 Talence, France
(3) Manufacture Française des Pneumatiques Michelin, 23 Place des Carmes Déchaux, 63000 Clermont-Ferrand

1. Introduction

La présente étude porte sur la proposition d'une méthodologie de caractérisation de produits d'oxydation du laiton, du cuivre et de zinc incluant les conditions et outils suivants : vieillissement humide en enceinte climatique, observations en microscopie électronique à balayage (MEB), mesures en spectroscopie d'impédance électrochimique, caractérisation de surface en spectroscopie Raman et d'extrême surface par spectroscopie d'électrons Auger.

Pour cette étude, deux milieux oxydants ont été testés : un milieu dit confiné, avide d'oxygène, et un milieu dit non confiné. Les observations de surface en MEB, ainsi que les analyses en spectroscopie Auger ont montré que le milieu confiné favorise la croissance de produits d'oxydation. La spectroscopie Raman a permis d'évaluer l'avancement de l'oxydation du laiton par la caractérisation de la composition des produits d'oxydation et de le corréler avec la réactivité de surface caractérisée par spectroscopie d'impédance électrochimique.

2. Matériaux, techniques expérimentales et méthodologie de caractérisation des produits d'oxydation

L'étude des mécanismes d'oxydation du laiton en milieu confiné a été réalisée à partir de coupons en laiton (alliage Cu-Zn contenant 36% massique de zinc), de zinc et de cuivre d'épaisseur 2mm et de surface 1,5cm². Les coupons ont été polis jusqu'au micromètre avant oxydation. Les essais de spectroscopie d'impédance électrochimique ont été menés en milieu 0.5mol/L de sulfate de sodium Na_2SO_4, avec une amplitude de perturbation de 10mV autour du potentiel libre de l'échantillon après 10min d'immersion au potentiel libre. Les observations en MEB ont été réalisées à basse tension d'accélération (inférieure ou égale à 5keV). La topographie des surfaces oxydées les plus fragiles a été observée en électrons rétrodiffusés rasants en décélérant le faisceau primaire d'électrons jusqu'à 500eV à la surface des coupons. Les analyses Raman ont été acquises sur un spectrométre Renishaw Invia, à l'aide d'un laser de longueur d'onde 532nm, un objectif x100 a été choisi sur le microscope optique confocal. Enfin, la spectroscopie Auger a été réalisée au sein de la plateforme de caractérisation PLACAMAT, sur un appareillage de Physical Electronics, le PHI 710.

Les observations présentées ci-dessous (fig.1) montrent les surfaces après oxydation en milieu non confiné et en milieu confiné pour les trois matériaux. Le milieu confiné, enrichi en oxygène, favorise les processus d'oxydo-réduction à la surface du métal, conduisant à la formation d'oxydes plus épais en comparaison de ceux formés en milieu non confiné. Cette observation a également été confortée par la mesure de la profondeur affectée par l'oxydation par spectroscopie Auger. La réactivité des différents états de surface des états de surface obtenus après oxydation est caractérisée par spectroscopie d'impédance électrochimique. La composition des oxydes formés en surface a été déterminée par spectroscopie Raman et spectroscopie d'électrons Auger. Une vue d'ensemble de la méthodologie de caractérisation des surfaces après oxydation est présentée ci-dessous sur le matériau laiton CuZn36 (fig.2). Cette méthodologie a été également appliquée sur le zinc et le cuivre en tant que matériaux de référence [1,2].

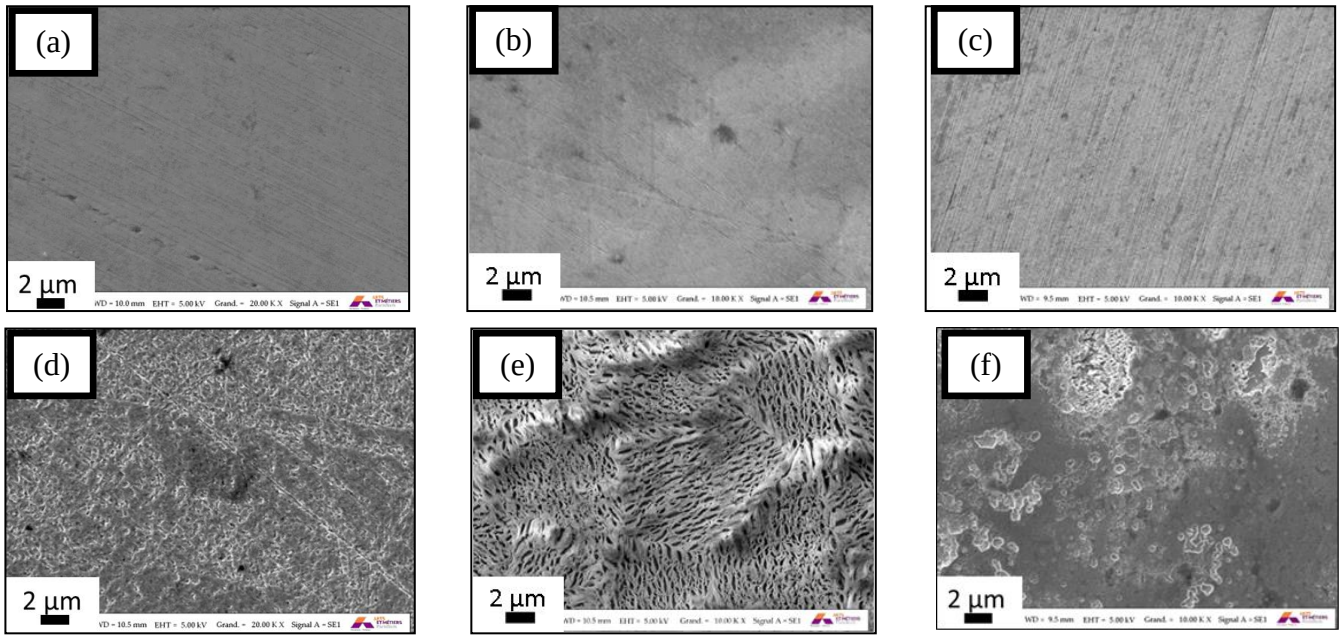


Figure 1. Observations en microscopie électronique à balayage des surfaces de cuivre (a,d), de zinc (b,e) et de laiton CuZn36 (c,f) oxydées en milieu non confiné (a,b,c) et en milieu confiné (d,e,f) à 40°C, 80% d'humidité relative pendant 5 jours.

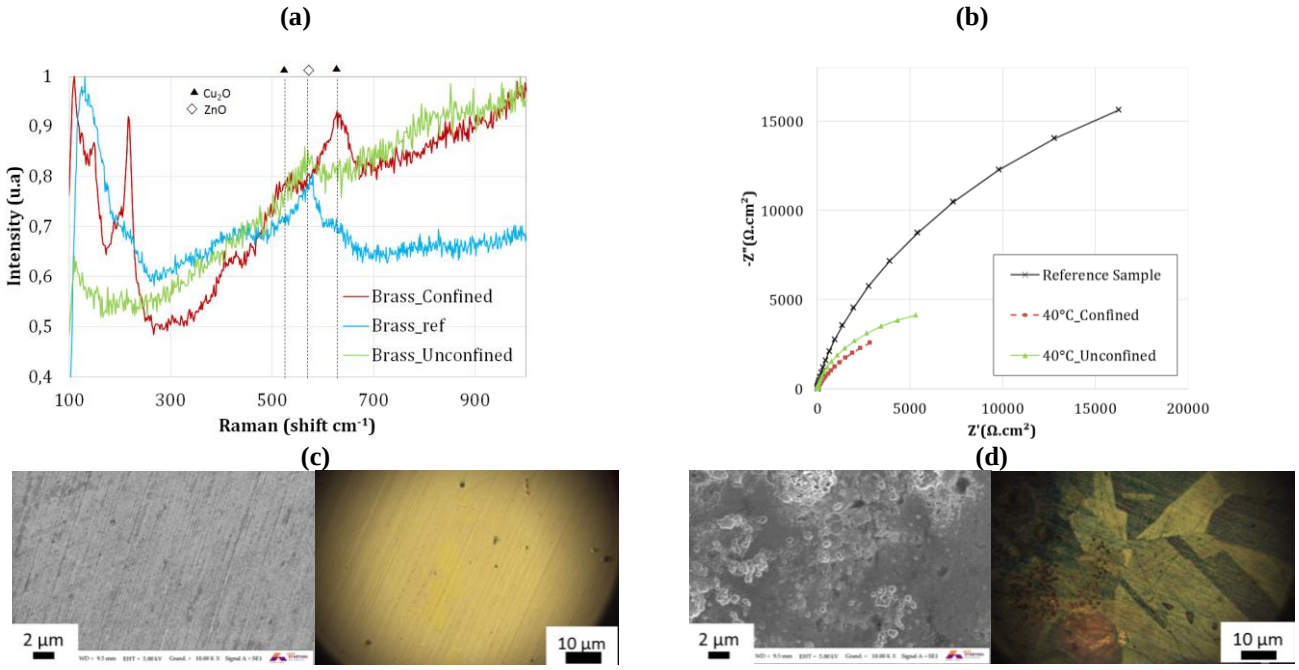


Figure 2. Méthodologie de caractérisation des produits d'oxydation du laiton par Spectroscopie Raman (a), Spectroscopie d'impédance électrochimique (représentation en Nyquist) (b), formés en milieu non confiné (c) et en milieu confiné (d).

3. Références

[1] L. Yohai, W. H. Schreiner, M. Vázquez, and M. B. Valcarce, "Surface characterization of copper, zinc and brass in contact with tap water inhibited with phosphate ions," Appl. Surf. Sci., vol. 257, no. 23, pp. 10089–10095, 2011.

[2] P. Zhou, M. J. Hutchison, J. W. Erning, J. R. Scully, and K. Ogle, "An in situ kinetic study of brass dezincification and corrosion," Electrochim. Acta, vol. 229, pp. 141–154, 2017.

Mesure en procédés, environnement et agroalimentaire

Caractérisation de la microstructure des membranes en carbure de silicium (SiC) pour la filtration des liquides chargés

Mathilda Trevisan[(1)], Jérôme Vicente[(4)], Adrien Vincent[(3)], Alexandre Rubio [(3)], Rémy Ghidossi [(2)], Philippe Moulin [(1)]

(1) Aix Marseille Université, Laboratoire de Mécanique, Modélisation et Procédés Propres (M2P2-CNRS-UMR 7340)-Équipe procédés membranaires, Aix-Marseille, France
(2) Institut des Sciences de la Vigne et du Vin, UR Œnologie - Axe Identité et Qualité du Vin, Université de Bordeaux, France
(3) Saint-Gobain Research Provence, Cavaillon, France
(4) Institut Universitaire des Systèmes Thermiques Industriels (IUSTI-CNRS-UMR 6595), Aix-Marseille Université, France

1. Introduction

Le carbure de silicium (SiC) est un matériau présentant de nombreuses caractéristiques physico-chimiques intéressantes (Hofs et al., 2011). Celui-ci présente une haute résistance à la corrosion et à l'abrasion et peut être utilisé à des températures extrêmes (> 1000 °C). De par ces caractéristiques, le SiC est devenu au cours des dernières années un matériau de choix pour la fabrication de membranes de nature minérale principalement utilisées pour la filtration de liquides chargés (Fraga et al., 2017). En effet, ces membranes s'inscrivent dans la purification des eaux (Zsirai et al., 2016) ou encore dans le traitement des eaux usées (Reimann et al., 1997 ; Bakshi et al., 2015) ou des effluents industriels (He et al., 2016). En comparaison des matériaux également utilisés pour la fabrication de membranes en céramiques comme l'alumine ou le dioxyde de titane, le SiC présente une faible densité (3.21) et une importante porosité (> 40%) leur conférant d'importants flux de perméat. Il présente également une hydrophobicité élevée (θ_{eau} = 85.5°) conférant aux membranes SiC une meilleure résistance à l'adsorption organique. De plus, les membranes en SiC peuvent être nettoyées à des pH et des températures extrêmes pour maintenir un flux constant. Il en résulte donc un rendement constant, une maintenance réduite et une durée de vie plus importante. En vue d'optimiser les conditions opératoires de filtration (pression, température, vitesse de circulation et contrainte de cisaillement) avec les membranes SiC, il est essentiel de comprendre leurs mécanismes physico-chimiques et hydrodynamiques. Dans cette étude, différentes techniques analytiques telles que la microtomographie aux rayons X, la porosimétrie par intrusion au mercure, la microscopie et des mesures d'angle de contact ont été utilisées et comparées pour fournir des informations bidimensionnelles (2D) et tridimensionnelles (3D) sur les membranes en SiC.

2. Matériel et Méthodes

2.1. Membranes

Les membranes caractérisées dans cette étude sont des membranes de microfiltration en SiC développées pas la société Saint-Gobain. Le SiC est consolidé par recristallisation à haute température (>2 200°C) par sublimation de fines particules se recondensant à l'interface des plus grosses, permettant ainsi la formation de ponts en SiC entre les plus larges grains de SiC (Figure 1 et 2). Ce matériau résiste ainsi à des contraintes mécaniques, thermiques et chimiques extrêmes. Ces membranes de microfiltration (MF) sont constituées de plusieurs couches déposées successivement permettant de créer le support mécanique et la couche filtrante. Le support mécanique présentant une taille de pores de 25.0 µm et la couche filtrante (matériau MF) présentant une taille de pores de 4.0 µm. Cette dernière peut être utilisée simplement comme un média filtrant ou de couche intermédiaire si une couche active de filtration plus fine est déposée à sa surface. Cette étude propose donc de caractériser le support mécanique et la couche de microfiltration. Pour étudier séparément les différentes couches, les membranes SiC ont été carottées pour obtenir séparément des échantillons pour le support mécanique et la couche de microfiltration.

2.2. Porosité au mercure

Les mesures de porosité au mercure ont été effectuées à l'aide d'un appareil de micrométrie AutoPore IV 9500 V1.06, pour les échantillons des deux couches des membranes SiC. Le volume de mercure pénétrant dans le milieu poreux a été mesuré à différentes pressions afin d'obtenir une courbe de porosité en fonction de la taille des pores selon la relation Washburn :

$$Dp = \frac{-4.\gamma.cos\theta}{Pc}$$

où Dp (m), γ (N.m^{-1}), θ, et Pc (Pa) sont respectivement le diamètre des pores, la tension superficielle du mercure, l'angle de contact solide/liquide et la pression (Tamayol et Bahrami, 2010).

3. Analyse microscopique et microtomographie

La microstructure des membranes SiC a également été étudiée par microscopie électronique à balayage à haute résolution (MEB Zeiss Geminisem 300), ces images ont ensuite été traitées grâce au logiciel ImageJ ©. Dans un second temps, la microstructure des membranes SiC a été analysée par microtomographie à rayons X 3D (Easy Tom XL 150 "Mechanic Ultra"). Les échantillons sont découpés et positionnés à l'intérieur du faisceau conique constitué par les rayons X émis depuis leur foyer d'émission vers le détecteur. Pour obtenir la taille de voxel maximale, l'échantillon est positionné au plus près du foyer des rayons X tout en restant entièrement inscrit dans le cône du faisceau. Le détecteur étant lui positionné à la plus grande distance possible. Les rayons X traversant l'échantillon sont atténués par absorption et imprègnent le détecteur pour former une projection radiographique. Ces projections sont enregistrées pour une rotation complète de l'échantillon de 0 à 180° et permettent, en utilisant un algorithme de rétroprojection arrière d'obtenir les coupes sérielles de la structure en 3D, ou chaque niveau de gris d'un voxel traduit la densité locale de matière contenue dans le voxel. L'utilisation du logiciel iMorph © (Brun et al. 2008 ; Vicente et al. 2013) a permis d'obtenir une caractérisation géométrique 3D complète de la membrane SiC. Ainsi, ce traitement permet de caractériser macroscopiquement les différentes phases et d'en mesurer leurs porosités, tortuosités, granulométrie ou encore surfaces spécifiques. Les différents pores composant l'espace poral ainsi que leur fenêtre de passage (constrictions) sont ensuite extraites par analyse d'image 3D (méthode de Watershed sur érodés ultimes) puis leur taille, leur morphologie et leurs orientations sont quantifiées. Une analyse spécifique du réseau de pore permet ensuite de quantifier géométriquement les taille de coupure ainsi que les différents volumes accessibles pour une taille de particule depuis un plan d'injection choisi.

4. Mesures d'angles de contact

La technique de mesure de l'angle de contact vise à déterminer la mouillabilité du matériau étudié. Cette analyse caractérise la facilité d'une goutte de liquide à s'étaler sur une surface solide. Le dispositif expérimental utilisé est un Digidrop Contact Angle Meter (GBX Scientific Instruments). Une goutte d'eau de 20 µL a été placée sur la portée et l'angle de contact a été mesuré. Un système d'analyse d'image intègre l'angle en fonction du temps et permet de déterminer si la goutte pénètre dans le matériau. Par intégration de l'évolution de l'angle de contact et du volume au cours du temps, la nature hydrophobe/hydrophile du matériau SiC peut être déterminé et ainsi être comparée aux matériaux existants dans la fabrication de membranes céramiques.

5. Résultats et Discussion

5.1. Observations MEB

La Figure 3 montre une vue d'ensemble des différentes couches présentes sur les membranes SiC, (avec ici, la présence de la couche de microfiltration) et leur épaisseur. Un grossissement en Figure 4 permet de mettre en évidence le réseau poreux de la couche membranaire en SiC avec quelques exemples de tailles de pores.

5.2. Informations 3D

Seul le support mécanique a été étudié car la couche de microfiltration présente des tailles de pores légèrement inférieurs à la limite de résolution du microtomographe utilisé et pourrait être traité par nanotomographie. Pour effectuer l'analyse microstructurale, les images obtenues des échantillons doivent être

binarisées afin d'identifier les voxels appartenant aux deux phases respectives (solide et porale). En raison des limites de calcul et de la difficulté d'obtenir des régions de taille élevée dans les membranes, des régions d'intérêt cubique (ROI-Region Of Interest) ont été choisies pour le calcul géométrique (500 x 500 voxels) avec une taille de voxel = 2.28 µm pour le support mécanique et de 2.06 µm pour la couche de microfiltration (Figure 5). Pour les ROIs et pour l'ensemble des résultats, le sens de l'écoulement du fluide à travers la membrane est représenté par l'axe Z.

5.3. Granulométrie et porosité

La description granulométrique des deux échantillons est illustrée dans le Tableau 1, ces résultats ont été obtenus grâce aux différentes techniques de mesure et conduisent à des résultats complémentaires. Par ces analyses, les tailles de pores et porosités ont pu être déterminées. Le support mécanique présente une taille de pores d'environ 25.0 µm, une porosité de 45% et la couche de microfiltration présente une taille de pores entre 4.0 et 6.0 µm et une porosité entre 37 et 39%. Les résultats sont reproductibles et concordants pour toutes les techniques d'analyses utilisées.

5.4. Seuil de coupure et volume accessible

Grâce à la reconstitution 3D des membranes combinée à une technique de calcul développée par le logiciel iMorph ©, il a été possible de simuler la pénétration de différentes particules à travers les membranes mais également de déterminer le volume accessible du matériau par ces particules (Figure 6). A partir de ces informations, pour une taille de particule donnée, il est possible de connaître sa profondeur maximale atteignable dans l'échantillon et son volume accessible du volume total de l'échantillon. En se positionnant à 100%, la taille de particules obtenues respectivement 24.5 et 6.2 µm pour le support mécanique et la couche de microfiltration s'apparente au seuil de coupure (Molecular Weight Cut Off) d'une membrane. Ces valeurs obtenues sont comparables aux valeurs précédemment obtenues (24.6 et 6.2 µm respectivement pour le support mécanique et la couche de microfiltration).

5.5. Taille et morphologie des particules

Afin de compléter ces informations et pour mieux appréhender la microstructure de ces membranes, l'utilisation d'iMorph a permis de déterminer la taille et la morphologie des pores et des constrictions. Dans un premier temps, iMorph marque chaque particule de l'échantillon en utilisant la méthode dite des érodés ultimes. Le logiciel iMorph © détermine le dernier fragment d'une particule présent à l'érosion d'ordre n-1, et ayant disparu à l'érosion d'ordre n. Ainsi, la carte des distances est calculée et le logiciel détermine la segmentation des cellules et des constrictions. Dans un second temps, pour déterminer leur taille et leur morphologie, le diamètre d'un disque équivalent pour les constrictions est calculé, et de la même manière, le diamètre d'une sphère équivalente pour les cellules est calculé. Pour les deux échantillons, la mesure 2a est supérieure à la mesure 2b, ce qui signifie que le support mécanique et la couche de microfiltration sont constitués de cellules « aplaties » et de constrictions « étirées » (Tableau 2).

5.6. Tortuosité et anisotropie des membranes

La tortuosité des membranes a été étudiée selon deux méthodes et complétée par l'étude de l'anisotropie des échantillons. La première méthode utilise la propagation de front depuis un plan d'injection (Fast-Marching FM), l'objectif est de fournir la carte des distances à l'interface (Sylla et Meden, 2015). Puis, par le calcul de trajectoire minimale sur leur réseau de pores segmentés (PG). Les résultats montrent des membranes faiblement tortueuses avec des valeurs comprises entre 1.02 et 1.36 selon la méthode utilisée (Tableau 3). L'analyse de la Longueur Moyenne d'Interception (MIL) donne une approximation 2D du diamètre moyen des pores ou du diamètre solide selon les axes d'orientation et par conséquent des informations sur l'anisotropie du milieu. La MIL est trouvée en envoyant une ligne à travers un volume d'image 3D contenant des objets binaires et en divisant la longueur de la ligne à travers le volume analysé par le nombre de fois que la ligne passe à travers ou intercepte une partie de la phase solide (Vicente et al., 2013). La méthode MIL permet d'abord une validation

unidimensionnelle des mesures granulométriques et montre clairement que le support mécanique et la couche de microfiltration sont anisotropes car ils présentent des dimensions plus petites vers la direction Z (direction d'écoulement du fluide à travers la membrane) (Figure 7). Ces résultats sur l'anisotropie obtenus par la méthode de la longueur moyenne d'interception (MIL) confirment les tendances directionnelles des valeurs de tortuosité.

5.7. Angle de contact

Enfin, des mesures de l'angle de contact à l'eau effectuées sur les membranes SiC ont été comparées à celles d'une large gamme de matériaux utilisés pour la fabrication de membranes (Tableau 4) (González-Martín et al., 1999). Les résultats obtenus montrent que le SiC présente une hydrophobie plus élevée (21 %) que les membranes existantes. Cette différence significative pourrait s'avérer intéressante pour de nombreuses applications ou les phénomènes d'adsorption sont limitants. Cette caractéristique pourrait impacter sur les capacités de filtration d'effluents chargés.

6. Conclusions

Cette étude présente la caractérisation 2D et 3D de la microstructure des membranes en (SiC) par plusieurs techniques d'analyses. La caractérisation 2D a permis de définir parfaitement la cartographie des pores et la caractérisation 3D par tomographie à rayons X et a permis d'obtenir la distribution granulométrique des différentes phases de la matrice poreuse. Cette capacité à caractériser à la fois les deux phases est pertinente pour l'étude de ces membranes SiC. En effet, la compréhension et la simulation des écoulements des particules passant à travers la membrane permet d'appréhender l'influence des caractéristiques microscopiques du matériau sur les mécanismes de colmatage. Ainsi, l'optimisation de la structure va permettre de limiter l'apparition de ces phénomènes limitants. Ces résultats mettent notamment en évidence que la tortuosité est un paramètre essentiel à prendre en compte pour optimiser les capacités de filtration. D'autre part, la méthodologie employée dans cette étude permettant la détermination du MWCO permet de mieux orienter le choix des membranes pour chaque type d'application. De plus, la caractérisation par des mesures d'angle de contact a montré que ces membranes ont une hydrophobie plus élevée (21%) que les membranes commerciales ce qui peut expliquer les différences de performances constatées pour la filtration de liquide chargés. Enfin, ces résultats sont en accord avec les importants flux de production obtenus avec ces membranes lors de la filtration de liquides chargés comme le vin (capacités de filtration et taux de rétention).

7. Références

1. Bakshi, Abhaya K., Rajendra Ghimire, Eric Sheridan, and Melanie Kuhn. "Treatment of Produced Water Using Silicon Carbide Membrane Filters." In *Advances in Bioceramics and Porous Ceramics VIII*, 89–106. Wiley-Blackwell, 2015. https://doi.org/10.1002/9781119211624.ch9.
2. Brun, E., Vicente, J., Topin, F., and Occelli, R., IMorph: A 3D morphological tool to fully analyse all kind of cellular materials, Cellmet08, Dresden, Germany, Oct. 2008.
3. Fraga, Maria C., Sandra Sanches, João G. Crespo, and Vanessa J. Pereira. "Assessment of a New Silicon Carbide Tubular Honeycomb Membrane for Treatment of Olive Mill Wastewaters." *Membranes* 7, no. 1 (February 27, 2017). https://doi.org/10.3390/membranes7010012.
4. González-Martín, M. L., L. Labajos-Broncano, B. Jańczuk, and J. M. Bruque. "Wettability and Surface Free Energy of Zirconia Ceramics and Their Constituents." Journal of Materials Science 34, no. 23 (December 1, 1999): 5923–26. https://doi.org/10.1023/A:1004767914895.
5. He, Can, and Radisav D. Vidic. "Application of Microfiltration for the Treatment of Marcellus Shale Flowback Water: Influence of Floc Breakage on Membrane Fouling." *Journal of Membrane Science* 510 (July 15, 2016): 348–54. https://doi.org/10.1016/j.memsci.2016.03.023.
6. Hofs, Bas, Julien Ogier, Dirk Vries, Erwin F. Beerendonk, and Emile R. Cornelissen. "Comparison of Ceramic and Polymeric Membrane Permeability and Fouling Using Surface Water." Separation and Purification Technology 79, no. 3 (June 24, 2011): 365–74.

7. Reimann, W., and I. Yeo. "Ultrafiltration of Agricultural Waste Waters with Organic and Inorganic Membranes." *Desalination* 109, no. 3 (June 1, 1997): 263–67. https://doi.org/10.1016/S0011-9164(97)00072-6.
8. Sylla Mohamed, Meden, Boris. "Méthode de Fast Marching – Calcul numérique de la distance à une interfaçe » Projet ISMA. https://www.isima.fr/f4/projets2008/Fast_Marching_Sylla_Meden.pdf [consulté le 15 Novembre 2018]
9. Tamayol Ali, Bahrami Majid. "Transverse Permeability of Fibrous Porous Media". Proceedings (CD) of the 3rd International Conference on Porous Media and its Applications in Science and Engineering ICPM3. http://www.sfu.ca/~mbahrami/pdf/2010/Transverse%20Permeability%20ICMP3.pdf [consulté le 15 Novembre 2018]
10. Vicente, Jerome, Y. Wyart, and Philippe Moulin. "Characterization (2D and 3D) of ceramic microfiltration membrane by radiation synchroton radiation." Journal of Porous Media 16, no. 6 (2013).
11. Zsirai, T., A. K. Al-Jaml, H. Qiblawey, M. Al-Marri, A. Ahmed, S. Bach, S. Watson, and S. Judd. "Ceramic Membrane Filtration of Produced Water: Impact of Membrane Module." *Separation and Purification Technology* 165 (June 13, 2016): 214–21. https://doi.org/10.1016/j.seppur.2016.04.001.

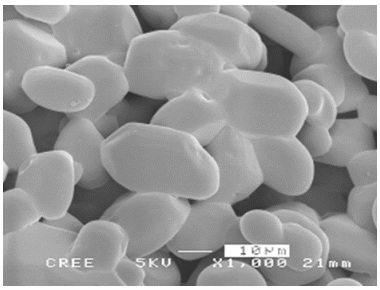


Figure 1. Caractérisation au MEB du réseau poreux de la couche membranaire en SiC.

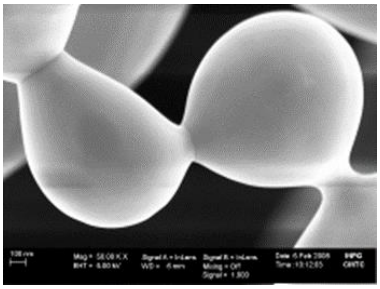


Figure 2. Grossissement au MEB des grains de SiC consolidés à haute température.

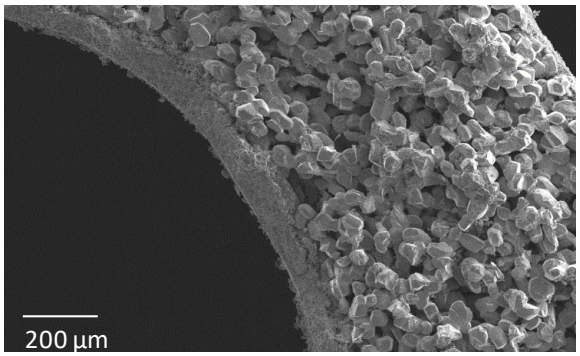


Figure 3. Caractérisation au MEB des membranes SiC, image prise au-dessus d'un canal. De gauche à droite les différentes couches : La couche de microfiltration et support mécanique.

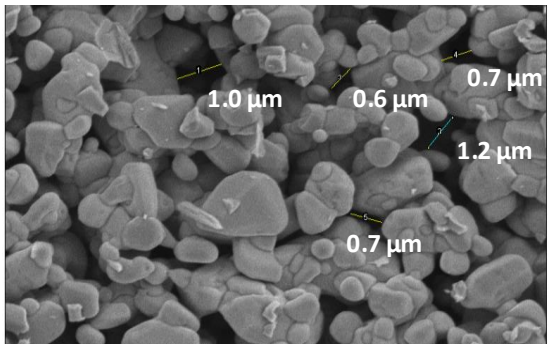


Figure 4. Caractérisation au MEB de la couche active de microfiltration d'une membrane SiC.

(a) (b) (c) (d)

Figure 5. Visualisations 3D des ROI (500 voxels) du support mécanique et de la couche de microfiltration (iMorph ©) : (a) et (c) reconstruction 3D des échantillons analysés, (b) et (d) visualisation de la granulométrie

Tableau 1. Taille et morphologie des pores et des constrictions déterminées pour les échantillons étudiés par analyse d'images 3D (iMorph). Et valeurs attendues déterminées par porosimétrie à intrusion au mercure (s = écart-type).

	Support mécanique			Couche de microfiltration		
	Calculé		Attendu	Calculé		Attendu
	moyenne	*s*		*moyenne*	*s*	
Taille de pores (µm)	24.26	10.01	24.52	6.31	3.71	4.17
Porosité (%)	45.03	0.24	45.52	37.17	0.37	39.65
MWCO (µm)	24.55		25.00	6.21		4.00

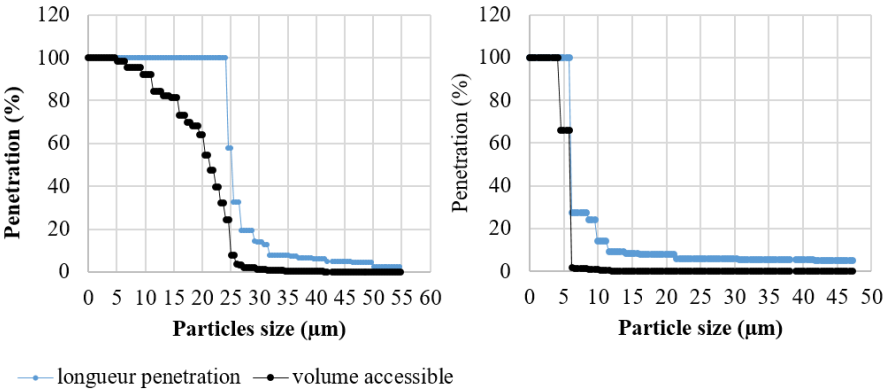
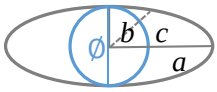


Figure 6. Distribution de la taille des particules en fonction de leur volume pénétration et leur volume accessible à travers la membrane de filtration. (a) : support mécanique et (b) : couche de microfiltration

Tableau 2. Taille et morphologie des cellules et des constrictions calculées par iMorph © selon le diamètre d'un disque et d'une sphère équivalents.



	Support mécanique						Couche de microfiltration					
	Cellules			Constrictions			Cellules			Constrictions		
	moy (µm)	*s*		moy (µm)	*s*		moy (µm)	*s*		moy (µm)	*s*	
Sphère Ø	27,9	13.3	**Disque Ø**	18.2	10.9	**Sphère Ø**	13.3	4.8	**Disque Ø**	7.0	3.3	
2a	38.3	18.3	**2a**	13.9	9.4	**2a**	19.1	8.4	**2a**	8.9	5.7	
2b	27.1	13.3	**2b**	22.6	13.0	**2b**	12.6	5.2	**2b**	4.7	3.2	
2c	19.2	10.9				**2c**	9.2	3.8				

Tableau 3. Calcul de tortuosité directionnelle obtenue à partir de l'analyse des pores (PG) et des méthodes de propagation frontale (FP)

	Support mécanique				Couche de microfiltration			
	PG		FM		PG		FM	
	moyenne	*s*	*moyenne*	*s*	*mean*	*s*	*mean*	*s*
Tortuosité *x*	1.20	0.01	1.01	0.00	1.23	0.01	1.06	0.01
Tortuosité *y*	1.18	0.01	1.00	0.00	1.17	0.01	1.04	0.00
Tortuosité *z*	1.26	0.02	1.02	0.00	1.36	0.04	1.14	0.03

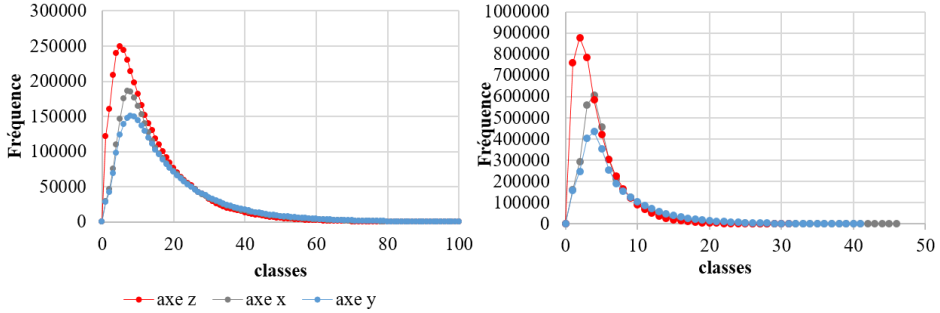


Figure 7. Distribution de la taille des lignes envoyées à travers la membrane en fonction des différents axes. Représentation graphique de l'anisotropie des échantillons sur l'axe Z (sens de l'écoulement du fluide) (a) : support mécanique et (b) : couche de microfiltration

Tableau 4. Mesures d'angle de contact

Materiau	Angle de contact (°)
SiC	85.5
Al_2O_3	72.4
Y_2O_3	68.3
MgO	58.1
ZrO_2	71.8

Méthode pour la caractérisation des capacités de transferts de contacteur membranaire adaptée à l'œnologie

Marion Breniaux, Liming Zeng, Rémy Ghidossi

Univ. Bordeaux, ISVV, Unité Œnologie, EA 4577, USC 1366 INRA, F-33140, Villenave d'Ornon, France

1. Introduction :

Un contacteur membranaire est une technologie permettant le transfert de différents types de composés entre deux phases liquides ou entre un gaz et un liquide. Dans un contacteur gaz-liquide, les fibres creuses sont composées de membranes hydrophobes permettant de créer une séparation physique sans aucun mélange des fluides. Il existe une très grande diversité de membrane dont la nature, la géométrie ou encore la structure peuvent varier. Ils sont largement utilisés dans de nombreux domaines comme le traitement des eaux, le milieu médical ou encore la métallurgie (Bhattacharjee et al. 2017). En œnologie, leur utilisation est centrée sur la désalcoolisation (Diban et al. 2008) et plus récemment sur la maitrise de la teneur en oxygène avant la mise en bouteille (Schonenberger et al. 2014). L'oxygène peut en effet entrainer un vieillissement aromatique prématuré des vins avec une perte d'équilibre et l'apport d'arômes caractéristiques comme la noix, le curry (Pons et al. 2010) ou encore le pruneau (Pons et al. 2008). Il est donc primordial de contrôler ses apports au cours de la vinification. Néanmoins, la mise en place d'un outil tel que le contacteur membranaire avant la mise en bouteille permettrait au vinificateur d'être en mesure de rectifier au plus juste la concentration en oxygène tout en incorporant en parallèle du CO_2. Le but de ce travail est de mettre en place une méthode simple pour caractériser les différents types de matériaux composants les contacteurs membranaires sous contraintes œnologiques comme la composition des vins pouvant entrainer un colmatage ou un mouillage des pores.

2. Matériels et méthodes :

Les deux contacteurs membranaires composés de polypropylène (Minimodule^{TM} ; 3M® Liqui-Cel®) nommé PP ou de polypropylène avec un revêtement téflon (Prototype, Laboratoire de génie chimique, Toulouse) nommé PPT ont été caractérisés en circuit fermé (Cf. Figure 1).

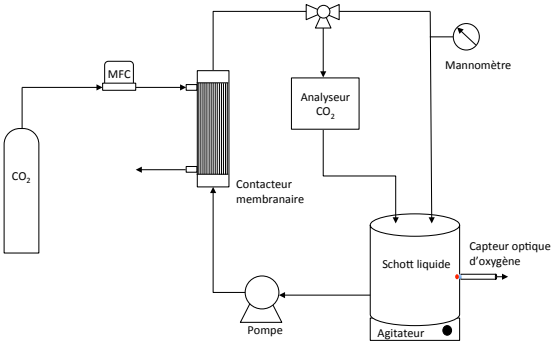


Figure 1. Schéma de l'installation en circuit fermé pour l'étude des performances des contacteurs membranaires

Les performances des contacteurs ont été étudiées selon les paramètres opératoires (débits de gaz et de liquide) et selon le type de liquide (eau, solution modèle de vin et vin rouge). Les concentrations en CO_2 et en O_2 ont été suivies au cours du temps avec l'oxymètre Nomasense® basé sur le principe de la luminescence et un analyseur à CO_2 CarboQC (Anton Paar). Le coefficient de transfert de matière du CO_2 dans le liquide a été déterminé en se basant sur la loi générale de transfert de matière $Q= K_L.a.(C^*-C)$.

3. Résultats et discussion:

Après avoir optimisé les débits de gaz et de liquide (120ml/min et 300ml/min), la caractérisation initiale des contacteurs membranaires à l'eau a permis de constater qu'il n'y avait aucune différence de comportement (Cf. Figure 2). Les capacités de transferts (K_La) du CO_2 dans l'eau sont respectivement de $21,9 \pm 0,7 \times 10^{-5}$ s^{-1} pour le contacteur PP et de $20,3 \pm 1,6 \times 10^{-5}$ s^{-1}pour le contacteur PPT.

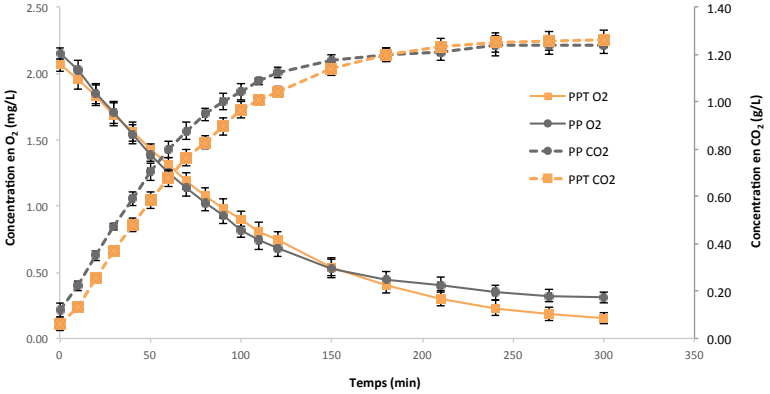


Figure 2. Oxygénation et carbonatation de l'eau au cours du temps par deux types de contacteurs membranaires

Lors de l'étude du mouillage des contacteurs avec la solution modèle de vin, nous avons pu constater des capacités de transferts constantes du CO_2 au cours du temps (Cf. Tableau 1). En effet, le mouillage est un processus de pénétration du liquide à l'intérieur des pores de la membrane diminuant ainsi les capacités de transferts de gaz.

Tableau 1 Évolution du K_La au cours du temps lors de l'étude du mouillage.

Module commercial PP		Module prototype PP-téflon	
Temps (h)	Kl·a ($\times 10^{-5}$ s^{-1})	Temps (h)	Kl·a ($\times 10^{-5}$ s^{-1})
0	20	0	19
47	22	120,5	21,2
89,5	23	399	21,6
305,5	22		

Enfin, de la même manière lors de l'étude du colmatage avec du vin rouge ayant circulé pendant environ 9 jours dans les deux contacteurs, nous n'avons pas observé l'apparition de phénomène de colmatage. Enfin l'ajout de la couche téflon n'a pas démontré un intérêt dans ces conditions expérimentales.

4. Conclusion

Lors de ces travaux, nous avons dans un premier temps établi les paramètres opératoires optimaux pour le transfert des gaz puis caractérisé deux contacteurs membranaires composés de deux matériaux aux propriétés hydrophobes différentes. L'étude de mouillage et de colmatage ont montrées la non-nécessité dans des conditions œnologiques d'ajouter une couche dense de téflon plus hydrophobe qui engendrerait de surcroit un cout supplémentaire de fabrication. Néanmoins, cette couche dense supplémentaire pourrait trouver un intérêt en œnologie par une diminution de la fréquence de nettoyage, ainsi qu'une potentielle meilleure résistance du matériau aux produits utilisés. Enfin, sur le long terme le coût de l'investissement et la durée de vie du contacteur pourraient être des facteurs importants à prendre en compte. La méthode développée dans cette étude peut être appliquée pour d'autres types de matériaux pour une caractérisation rapide.

5. Références

C. BHATTACHARJEE, V.K. SAXENA, & S. DUTTA, Fruit juice processing using membrane technology: A review. Innovative Food Science & Emerging Technologies, Vol. 43, pp 136–153 (2017).

N. DIBAN, V. ATHES, M. BES, & I. SOUCHON, Ethanol and aroma compounds transfer study for partial dealcoholization of wine using membrane contactor. Journal of Membrane Science, Vol. 311, pp 136–146 (2008).

A PONS, V. LAVIGNE, E. FREROT, P. DARRIET, & D. DUBOURDIEU, D. Identification of volatile compounds responsible for prune aroma in prematurely aged red wines. Journal of agricultural and food chemistry, Vol. 56, pp 5285-5290 (2008).

A. PONS, V. LAVIGNE, Y. LANDAIS, P. DARRIET, & D. DUBOURDIEU, Identification of a Sotolon Pathway in Dry White Wines. Journal of Agricultural and Food Chemistry, Vol. 58, N°12, pp 7273–7279 (2010)

P. SCHONENBERGER, I. BAUMANN, A. JAQUEROD, & J. DUCRUET, Membrane Contactor: A Nondispersive and Precise Method to Control CO2 and O2 Concentrations in Wine. American Journal of Enology and Viticulture, Vol. 65, N°4, pp 510–513 (2014).

Mesures aberrantes : détection, localisation, suppression, acceptation et robustesse

José RAGOT[1]

[1] Centre de Recherche en Automatique de Nancy. CRAN - CNRS UMR 7039. Université de Lorraine. 2, avenue de la Forêt de Haye, TSA 60604, 54 518 Vandoeuvre-lès-Nancy Cedex

Résumé

La détection de mesures aberrantes, mais plus encore leur localisation, reste un préalable indispensable à leur utilisation dans tous les systèmes de surveillance. Dans certains cas, la priorité n'est pas directement la détection/localisation mais la réduction de l'influence des valeurs aberrantes dans les techniques de surveillance. A titre d'exemple on peut évaluer de façon robuste la corrélation entre deux séries temporelles corrompues par quelques valeurs aberrantes sans chercher à les éliminer dans une phase préalable. Dans cette communication, l'accent sera mis sur cette notion de robustesse au travers de quelques exemples.

1. Introduction

En raison de l'usage intensif des données, en particulier issues de capteurs, de l'accroissement de leur volume et de leur utilisation dans les outils de surveillance et de contrôle, le problème des valeurs aberrantes a pris une importance non négligeable durant les dernières décennies. La présence de valeurs anormales peut alors conduire à des estimations biaisées des paramètres caractérisant un système et à une interprétation des résultats qui peut être erronée conduisant ainsi à des prises de décision à risque.
La détection de mesures aberrantes ne peut se faire que si l'on dispose de redondances d'information, ces dernières pouvant être d'origine temporelle, matérielle où logicielle. La redondance temporelle apparait dès lors que la variable mesurée suit une loi d'évolution temporelle. C'est le cas d'une variable en régime permanent dont le modèle temporel est connu ou peut être identifié ; ce modèle peut alors être mis à profit pour détecter les mesures aberrantes c'est-à-dire celles avec lesquelles il n'est pas compatibles. La redondance matérielle provient de l'utilisation simultanée de plusieurs capteurs pour mesurer une même grandeur. La détection d'une mesure aberrante repose alors sur la comparaison des mesures entre elles et d'un vote majoritaire. Enfin la redondance logicielle exploite les propriétés du modèle du système sur lequel les données sont collectées, ce modèle reliant généralement un ensemble de variables décrivant son fonctionnement.
En ce qui concerne les aspects plus quantitatifs, la détection des erreurs de mesure est généralement complétée par une phase d'estimation de leurs amplitudes, ce qui permet alors de proposer des valeurs de substitution. Cette présentation n'a aucune portée générale, l'objectif étant seulement de donner quelques points de repère particuliers aux utilisateurs de moyens de mesure et d'insister sur l'aspect robustesse de quelques techniques de traitement de mesure [Antolín : 2017].

2. Démarches générales

2.1. Différents types de valeurs aberrantes issues capteurs

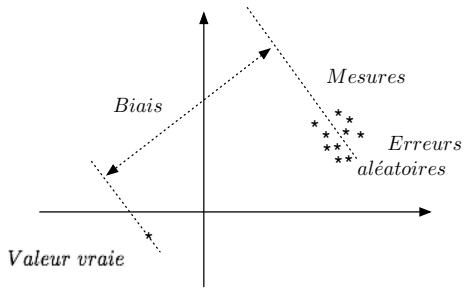


Fig 1. Différents type d'erreurs

Capteur	Erreurs systématiques	Erreurs aléatoires
juste et non fidèle	réduites	fortes
fidèle et non juste	fortes	faibles
juste et fidèle	faibles	faibles
ni juste, ni fidèle	fortes	fortes

Tab 1. Qualité d'un capteur

La figure 1 illustre visualise deux types d'erreur dans le cas d'une variable à deux dimensions. Sont mis en

évidence un biais affectant les deux directions de mesure et des erreurs à caractère aléatoire. Les capteurs ayant délivré les mesures peuvent être caractérisé par leur justesse et leur fidélité comme indiqué dans la table 1. Ces mesures pourront être traitées de façon à réduire l'influence des deux sources d'erreur. Bien évidemment la situation est plus complexe lorsqu'on s'intéresse à un réseau de capteurs équipant un processus physique, les défauts qui les affectent pouvant présenter des liens entre eux.

2.2. Démarche active : détection des valeurs aberrantes dans une série temporelle

Ce vocable désigne un ensemble de techniques capables de détecte et localiser les valeurs aberrantes dans une série d'observation. Une fois localisées, celles-ci peuvent être soit supprimées, soit remplacées par des valeurs dites de substitution obtenues par exemple par interpolation grâce à des mesures saines voisines de celles qui int été supprimées. De très nombreux tests statistiques ont été développés [Dai : 2016] pour la détection de valeurs aberrantes (Dixon, Grubbs, Cochran, Tukey, Chauvenet, Tietjen-Moore, Student, Thompson ...) ainsi que des techniques de substitution (winsorising, trimming).
Considèrons les valeurs $x_i, i = 1, \ldots, n$ d'une série rangées dans l'ordre croissant $x_1 < x_2 < \cdots < x_n$. Le test de Dixon [Dixon : 1950], va détecter la (ou les) valeur(s) aberrante(s), aux extrémités x_1 et x_n de la distribution à partir du rapport :

$$R = \frac{x_2 - x_1}{x_n - x_1} \tag{1}$$

Pour tester les hypothèses $\{H_0$: la valeur douteuse n'est pas une valeur aberrante$\}$ et $\{H_1$: la valeur douteuse est une valeur aberrante$\}$, on se fixe un seuil de risque α. La valeur critique $r_{1-\alpha}$, est définie par la probabilité $P(R \leq r_{1-\alpha}) = 1 - \alpha$ et elle est donnée par la table de Dixon. Si $R > r_{1-\alpha}$, on rejette H_0 et donc la valeur suspecte est aberrante. Si $R \leq r_{1-\alpha}$ on n'est pas en mesure de rejeter H_0.
Par exemple pour la série : $4.4, 6.2, 6.25, 6.5, 6.8, 6.9, 7.0$, on obtient $R = 0.69$. La valeur critique pour un niveau de confiance de 95% avec 7 observations est de 0.526. Comme R est supérieure à ce niveau de confiance, on peut suspecter la valeur 4.4 comme anormale avec une probabilité d'erreur de 0.05%.
Les techniques évoquées ci-dessus se généralisent au cas multivariable ou la détection porte sur plusieurs variables. A titre d'exemple considérons le système caractérisé par quatre variable et décrit par :

$$\begin{array}{rcl} x_1^2 - x_2 + 2\log x_3 & = & 0 \\ x_2 + x_3 - x_4 & = & 0 \end{array} \tag{2}$$

Les mesures x_i disponibles sont rassemblées dans la table 2 et l'on souhaite tester la cohérence de ces données. S'agissant d'une simulation, un défaut affecte x_2 pour l'observation 9 et un autre l'affecte x_3 pour l'observation 6. On a calculé des résidus de modèle à partir des mesures c'est-à-dire $r_1 = x_1^2 - x_2 + 2\log x_3$ et $r_2 = x_2 + x_3 - x_4$. Les équations (2) peuvent être combinées de façon additive, ce qui fait disparaître la variable x_2 et générer le résidu $r_3 = x_1^2 + 2\log x_3 + x_3 - x_4$. La validité des mesures est mise en évidence par les valeurs absolues $\mid r_i \mid$ des trois résidus dont la valeurs sont indiquées dans la table 2. Les trois résidus sont sensiblement nuls sauf pour les deux observations 6 et 9. L'observation 6 déclenche de façon significative les trois résidus, alors que l'observation 9 ne déclenche que les résidus r_1 et r_2. Ceci est expliquée par la table 3 dite de signatures des défauts potentiels δx_i dont le rôle est fondamental pour caractériser la détection et l'isolabilité des défauts. Les croix témoignent de la sensibilité des résidus aux défauts, l'absence de sensibilité étant marquée par un point. Les sensibilités des défauts δx_i sont toutes différentes ce qui montre le caractère isolable des défauts de mesure, ce qui ne serait pas le cas si seuls les deux premiers résidus r_1 et r_2 avaient été utilisés car dans ce cas δx_2 et δx_3 auraient eu la même signature.

x_1	0.94	1.87	1.66	2.13	1.82	1.47	1.60	1.85	1.82	1.50	1.50	1.55	1.20	0.88	1.35
x_2	0.61	1.47	2.00	2.16	2.07	1.79	1.47	1.17	1.66	0.67	0.50	0.36	0.26	0.18	0.12
x_3	0.87	0.35	0.69	0.29	0.53	1.33	0.60	0.33	0.30	0.45	0.42	0.36	0.56	0.74	0.43
x_4	1.49	1.82	2.69	2.45	2.59	2.62	2.07	1.51	1.20	1.13	0.92	0.72	0.81	0.92	0.55
$\mid r_1 \mid$	0.00	0.02	0.01	0.01	0.01	1.09	0.01	0.00	0.71	0.02	0.08	0.02	0.02	0.01	0.00
$\mid r_2 \mid$	0.00	0.01	0.02	0.04	0.02	0.50	0.03	0.01	0.75	0.00	0.01	0.01	0.00	0.00	0.01
$\mid r_3 \mid$	0.01	0.03	0.03	0.05	0.03	1.58	0.03	0.01	0.05	0.01	0.07	0.02	0.03	0.02	0.00

Table 2 : mesures disponibles au cours du temps et résidus de modèles

	δx_1	δx_2	δx_3	δx_4
r_1	×	×	×	.
r_2	.	×	×	×
r_3	×	.	×	×

Table 3 : signature des défauts de mesure

2.3. Démarche active : détection de valeurs aberrantes dans un système multicapteurs

La technique de l'espace de parité [Potter : 1977] repose sur la construction du vecteur de parité dont la structure s'établit à partir des équations du système. Considérons, à un instant particulier, le système de mesure :

$$x_m = C\,x + \varepsilon + F\,d, \qquad x \in \mathcal{R}^n, x_m \in \mathcal{R}^m, d \in \mathcal{R}^p, \varepsilon \in \mathcal{R}^n, m > n \tag{3}$$

où x_m est le vecteur de mesure, x le vecteur des variables à mesurer, d le vecteur des défauts et ε le vecteur des bruits de mesure. C caractérise le système de mesure et F les directions des défaillances, avec ici :

$$C = \begin{bmatrix} 1 & 2 & 1 \\ 1 & 0 & 2 \\ 1 & 1 & 1 \\ 1 & 0 & 1 \\ 2 & 0 & 2 \end{bmatrix} \quad F = \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 0 \\ 0 & 0 \\ 1 & 1 \\ 0 & 0 \end{bmatrix} \tag{4}$$

On détermine la matrice W orthogonale à C :

$$W = \begin{bmatrix} -1 & 0 & 2 & -1 & 0 \\ -2 & 0 & 4 & 0 & -1 \end{bmatrix}$$

En multipliant à gauche (3) par W, on obtient le vecteur dit de parité :

$$p = \begin{bmatrix} -x_{m,1} + 2x_{m,3} - x_{m,4} \\ -2x_{m,1} + 4x_{m,3} - x_{m,5} \end{bmatrix} \tag{5a}$$

$$p = \begin{bmatrix} 0 \\ 1 \end{bmatrix} e + \begin{bmatrix} -2 & -2 \\ -2 & 0 \end{bmatrix} d \tag{5b}$$

La forme (5a) permet le calcul du vecteur parité à partir des mesures ; comme les erreurs ε sont en général à valeur moyenne nulle ou de faibles amplitudes, la forme (5b) est utilisable pour détecter et estimer les défauts éventuels d. Si l'influence de ε est négligée on peut estimer les défauts d à partir de p lui même évalué à partir des mesures :

$$d = \begin{bmatrix} x_{m,1} - 2x_{m,3} + x_{m,5}/2 \\ 2x_{m,3} - x_{m,1} + x_{m,4} - x_{m,5} \end{bmatrix} \tag{6}$$

2.4. Démarche active : remplacement des valeurs aberrantes

On cherche à éliminer et à remplacer les valeurs aberrantes dans un signal temporel avec une déformation "minimale" du signal utile. Une moyenne winsorisée ou "rognée" d'ordre $\{r, s\}$ désigne le remplacement des r observations les plus petites et des s plus grandes. Considérons les valeurs $x_{i+j}, j = -m, \ldots, m$ d'un signal à filtrer où l'indice courant i correspond au centre d'une fenêtre mobile de taille $n = 2m + 1$. La valeur filtrée est définie par :

$$\hat{x}_i = \frac{1}{n}\big(r\,x_{i-m+r} + \sum_{j=-m+r}^{m-s} x_{i+j} + s\,x_{i+m-s}\big) \tag{7}$$

La figure (2) illustre le remplacement des valeurs aberrantes selon les techniques de trimming et de filtrage médian.

2.5. Démarche passive : acceptation des valeurs aberrantes et robustesse

A l'encontre de la démarche précédente, on ne cherche pas ici à supprimer les valeurs aberrantes mais à réduire leurs effets indésirables lors de leur utilisation. A titre d'exemple bien connu, rappelons le cas de la moyenne robuste en utilisant le filtre médian qui permet d'éliminer l'influence des valeurs aberrantes sans chercher à en expliciter leur présence. Deux outils seront rappelés pour atteindre un certain niveau de robustesse dans les traitements : les distributions contaminées et les M-estimateurs.

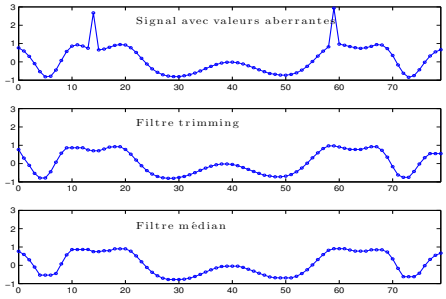


Fig. 2. Filtrage des valeurs aberrantes

▷ Distributions contaminées [Du : 2018]. Un modèle dit contaminé suppose qu'une grande partie μ des données est générée à partir d'un modèle classique à erreur normale. Les autres données, correspondant à la fraction $(1-\mu)$ de l'ensemble des données, peuvent être affectées par un bruit anormal généré par une distribution de caractéristiques différentes. La distribution prenant en compte les deux types d'erreurs peut être :

$$p(\epsilon) = \mu\, \mathcal{N}(0, \sigma_1^2) + (1-\mu)\, \mathcal{N}(0, \sigma_2^2) \tag{8}$$

Considérons le cas de l'estimation de la moyenne d'un échantillon de taille N en présence de valeurs aberrantes, le but étant bien sûr que cette estimation soit peu sensible aux valeurs aberrantes. La fonction de vraisemblance de cet échantillon s'explicite :

$$\begin{array}{rclcrcl} \mathcal{V} & = & \prod_{i=1}^{N} (\mu p_{1,i} + (1-\mu) p_{2,i}) & & & & \\ p_{1,i} & = & \dfrac{1}{\sqrt{2\pi}\sigma_1}\, exp\left(-\dfrac{(x_i-m)^2}{2\sigma_1^2}\right) & & p_{2,i} & = & \dfrac{1}{\sqrt{2\pi}\sigma_2}\, exp\left(-\dfrac{(x_i-m)^2}{2\sigma_2^2}\right) \end{array} \tag{9}$$

où m est la moyenne à estimer et σ_1, σ_2 les écart-types de la distribution contaminée. Le maximum de la fonction de vraisemblance par rapport à m est obtenu pour :

$$\begin{array}{l} \sum_{i=1}^{N} w_i(m)\,(x_i - m) = 0 \\ w_i(m) = \mu \dfrac{p_{1,i}}{\sigma_1^2} + (1-\mu)\dfrac{p_{1,i}}{\sigma_2^2} \end{array} \tag{10}$$

Compte tenu des expressions de $p_{1,i}$ et $p_{2,i}$ (9) qui dépendent de m, l'équation non linéaire (10) est résolue de manière itérative par rapport à m. Le tableau 4 montre un résultat d'estimation de la moyenne d'un échantillon de 60 valeurs et par extension de son écart-type. Les deux premières lignes sont relatives à l'évaluation standard sans et avec valeurs aberrantes. L'évaluation robuste indiquée à la troisième ligne montre des estimés proches de ceux obtenus en l'absence de valeurs aberrantes témoignant ainsi du caractère robuste de la méthode. La figure (3) visualise les 60 valeurs de l'échantillon avec ses données aberrantes et les poids $w_i(m)$ utilisés pour le calcul de la moyenne qui permettent également de localiser les données aberrantes.

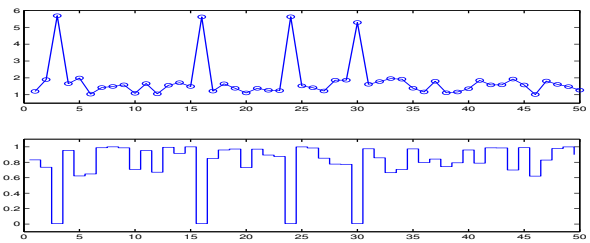


Fig. 3. Données avec valeurs aberrantes

▷ M-estimateurs [Brown : 2005]. Les M-estimateurs ont été introduits sous la forme d'une généralisation de l'estimation par maximum de vraisemblance à la minimisation d'une fonction ρ sur l'ensemble des données disponibles $z_i, i = 1, \ldots, N$. Ainsi, le M-estimateur associé aux données et à la fonction ρ est estimé par :

$$\hat{\theta} = \text{argmin}_\theta \left(\sum_{i=1}^{N} \rho(z_i, \theta) \right) \tag{11}$$

	Moyenne	Ecart-type
sans val.aberr. Evaluation standard	1.501	0.277
avec val.aberr. Evaluation standard	1.821	1.145
avec val. aberr. Evaluation robuste	1.501	0.282

Table 4. Estimation robuste d'une moyenne et d'un écart type

Un exemple bien connu est la fonction de Cauchy ou de Lorenz :

$$\rho(x_i, y_i, a, b) = \frac{c^2}{2} \log\left(1 + \left(\frac{\varepsilon_k}{c}\right)^2\right) \tag{12}$$

où $\varepsilon_k = y_k - ax_k - b$ est une image des erreurs de modèle lors de la représentation de données par une droite. La sensibilité de ρ vis-à-vis des erreurs ε s'explicite :

$$\frac{\partial \rho}{\partial \varepsilon_k} = \frac{\varepsilon_k}{1 + \left(\frac{\varepsilon_k}{c}\right)^2} \tag{13}$$

et permet de conclure qu'une grande erreur $\varepsilon >> c$ produit une insensibilité faible de $\hat{\theta}$ et qu'un erreur faible $\varepsilon << c$ donne une sensibilité de l'ordre de ε. Ainsi, le choix du seuil c, à la charge de l'utilisateur, conditionne la robustesse de l'estimateur vis-à-vis des erreurs aberrantes. A partir de (12) le lecteur pourra de lui-même établir les équations d'optimalité des paramètres a et b du modèle de régression :

$$\begin{array}{lcl} \sum_{k=1}^{N} w_k(a,b)(y_k - ax_k - b)x_k & = & 0 \\ \sum_{k=1}^{N} w_k(a,b)(y_k - ax_k - b) & = & 0 \end{array} \tag{14}$$

avec l'expression suivante des poids : $w_k(a,b) = \left(1 + \left(\frac{y_k - ax_k - b}{c}\right)^2\right)^{-1}$

On peut résoudre le système non linéaire (14) par un mécanisme d'itérations à partir d'un choix initial des poids w_k. Sur la figure (4) sont visualisé 20 couples de points $\{x_i, y_i\}$ dont deux sont visiblement aberrants avec les droites obtenues par une régression ordinaire (tracé en bleu) et une régression robuste (tracé en rouge).

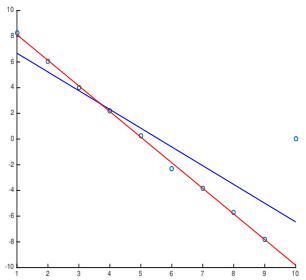


Figure 4. Régression robuste

3. Réconciliation de données en présence de mesures aberrantes

3.1. Principe de base de la réconciliation de données

La réconciliation de données, [King : 2017] vise à rendre compatibles les mesures effectuées sur un système avec son modèle. Comme les valeurs réconciliées peuvent être comparées aux mesures, les écarts constatés peuvent être analysés, les plus grands d'entre eux pouvant témoigner de la présence de mesures aberrantes. On évoque dans cette section la formulation la plus simple dans la cadre d'un système à modèle linéaire liant les grandeurs vraies x^* à leur mesures x_m corrompues par des erreurs ε :

$$\begin{array}{l} M\,x^* = 0, \qquad x^* \in \mathcal{R}^v, \quad M \in \mathcal{R}^{n \times v} \\ x_m = x^* + \varepsilon \end{array} \tag{15}$$

Généralement les mesures ne vérifient pas le modèle (15) du système et le principe de réconciliation vise à les corriger pour satisfaire ce modèle. Les mesures étant supposées non totalement aberrantes, les grandeurs corrigées doivent leur rester proches et l'estimé $\hat{x}$ qui minimise le critère ici choisi quadratique $\Phi = \| x_m - x^* \|^2$ est défini par :

$$\begin{array}{rcl} \hat{x} & = & \arg\max_{x^*} \Phi \qquad sous\ M\,\hat{x} = 0 \\ & = & \left(I - M^T(MM^T)^{-1}M\right)\, x_m \end{array} \tag{16}$$

Cette expression fournit donc une estimation des grandeurs vraies cohérente au sens de la satisfaction du modèle du système et aussi une estimation des corrections qui ont été apportées aux mesures $\tilde{x} = x_m - \hat{x}$ L'analyse des amplitudes des termes correctifs renseigne sur l'amplitude des erreurs. Pour préciser, la situation qui nous intéresse est celle de la présence de $q < v$ mesures aberrantes se traduisant par la définition :

$$x_m = x^* + \varepsilon + F\,d, \qquad F \in \mathcal{R}^{v \times p}, d \in R^q \tag{17}$$

où la matrice F donne les directions d'influence des défauts d sur les mesures x_m. Le lecteur pourra vérifier à partir de (15, 16, 17) l'expression suivante de l'estimé :

$$\tilde{x} = M^T(MM^T)^{-1}M\,\varepsilon + M^T(MM^T)^{-1}MF\,d \tag{18}$$

où apparait l'influence des "petites" erreurs ε à caractère aléatoire et celle plus importante des défauts d. L'interprétation de (18) en terme de performance de détection et d'isolation des défauts d est à consulter dans [Maquin : 1991]. Les erreurs ε étant de faibles amplitudes, on peut écrire :

$$\tilde{x} \sim M^T(MM^T)^{-1}MF\,d \tag{19}$$

Par conséquent le défaut d_i (la ième composante de d) est détectable si la ième colonne de $M^T(MM^T)^{-1}MF$ est non nulle. En général le défaut d influence malheureusement plusieurs termes correctifs ce qui peut rendre l'isolation difficile. Cette procédure de réconciliation ne présente pas le caractère de robustesse souhaitée en ce sens que les défauts sont corrigés mais au détriment de leur dissémination sur l'ensemble des variables. Le paragraphe suivant présente une approche robuste au problème de réconciliation des mesures où la correction des mesures est faite essentiellement sur celles sujettes à des défauts.

3.2. Réconciliation robuste de données

De nombreux développements complètent la formulation précédente de façon à s'adapter à des situations réelles. C'est ainsi que des extensions ont permis de s'intéresser aux systèmes dynamiques [Chinen : 2016], aux systèmes non linéaires [Guo : 2016], à la présence d'erreurs de mesure bornées [Mandel : 1998], à l'estimation de la précision des mesures [Poulin : 2009], à la réconciliation des données de façon simultanée à l'estimation des paramètres du système [Francken : 2009], à la prise en compte de mesures manquantes [Imtiaz : 2004].
Pour prendre en compte directement la présence des grosses erreurs, une loi de distribution des erreurs plus appropriée est utilisée. La classe des M-estimateurs fournit des estimées robustes vis-à-vis des grosses erreurs. Considérons à nouveau le cas de mesure $x_m = x^* + \varepsilon$, les composantes de ε étant notée ε_i. Le critère d'estimation s'explicite :

$$\Phi = \frac{c^2}{2}\sum_{i=1}^{v} log\left(1 + \left(\frac{\varepsilon_i}{c}\right)^2\right) \tag{20}$$

Il apparait clairement que les erreurs d'amplitudes supérieures à c (17) sont davantage prise en compte dans Φ que celles d'amplitudes plus faibles c'est-à-dire inférieures à c. De ce fait, la minimisation de Φ tend à réduire l'influence des grosses erreurs sur les estimés. La formulation précédente (15, 16) peur alors être reconduite en prenant en compte la fonction objectif (20). On laisse le soin au lecteur de retrouver l'estimé suivant :

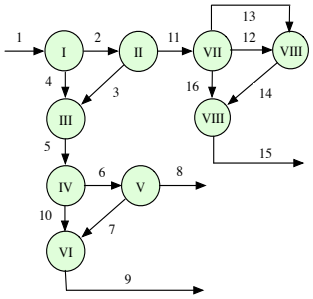
$$\begin{array}{rcl} \hat{x} & = & (I - WM^T(MWM^T)^{-1}M)\,x_m \\ W & = & I + \dfrac{1}{c^2} diag\ (\varepsilon \otimes \varepsilon) \\ \varepsilon & = & x_m - \hat{x} \end{array} \tag{21}$$

où l'opérateur $\otimes$ permet de faire le produit terme à terme de deux vecteurs. Le système non linéaire (21) est résolu par rapport à $\hat{x}$ de façon itérative à partir d'un choix initial de la matrice des poids W.

Remarque 1 Le principe de réconciliation des données précédent s'étant aux systèmes non linéaires. Evoquons le cas des systèmes bilinéaires pour lesquels les modèles font intervenir des produits de variables. Ceci est fréquent dans le domaine chimique ou minéralurgique lorsqu'on établit des bilans matière en flux total et en flux partiel. Dans ce cas, si x et y désignent par exemple le vecteur des débits et le vecteur des concentrations en une espèce chimique ou minérale, à l'image de l'équation (15) s'écrivent : $M\,x^* = 0$ et $M\,x^* \otimes y^* = 0$. Les équations de mesures deviennent alors $x_m = x^* + \varepsilon_x$ et $y_m = y^* + \varepsilon_y$. Cela permet de généraliser le critère Φ afin d'obtenir les estimés $\hat{x}$ et $\hat{y}$. L'application numérique qui suit illustre ce cas.

3.3. Application et discussion

La figure (5) schématise un réseau de transport de matière dans le domaine de l'industrie chimique, constitué de neuf unités de production et seize voies de connection. La loi de conservation des flux de matière permet d'écrire, en régime permanent, le système d'équations (22) reliant les débits x_i^* et les teneurs y_i^* en une espèce chimique.
Les mesures (x_m, y_m) de ces seize variables pendant une période temporelle donnée sont consignées dans le tableau (6). Le but de la validation de données est double : détecter les mesures aberrantes (deux biais d'amplitudes respectives 12 et 6 affectent les mesures de la deuxième composante de x et de la onzième composante de y), proposer des valeurs de remplacement aux mesures aberrantes. Ce tableau montre les résultats d'estimation des variables x et y par moindres carrés robuste (MCR) et par moindres carrés ordinaires (MC).
Concernant les estimations $\hat{x}_{MCR}$ on constate que sa deuxième composante est la plus corrigée, les autres composantes n'étant que faiblement corrigées. Les résultats sont assez différents pour $\hat{x}_{MC}$ où non seulement la deuxième composante de x est corrigée mais aussi les composantes 3, 4 et 5. Il en est de même pour la variable y. La robustesse est traduite par le fait qu'une mesure en défaut est corrigée sans pour autant corriger les mesures saines. On note que les termes correctifs avec MCR sont en rapport avec l'amplitude des défauts simulés ce qui n'est pas le cas avec MC. Pour juger d'un effet moyen des procédures MCR et MC 12 simulations ont été faites avec les mêmes variables x et y en défaut mais en générant des bruits de mesure aléatoire de faible amplitude. La figure (6) visualise les termes correctifs moyens issus de ces 12 simulations et confirme la pertinence de l'approche robuste pour la détection de défauts de mesure.



$$\begin{array}{ll|ll}
x_1^* - x_2^* - x_4^* & = 0 & x_1^* y_1^* - x_2^* y_1^* - x_4^* y_4^* & = 0 \\
x_2^* - x_3^* - x_{11}^* & = 0 & x_2^* y_2^* - x_3^* y_3^* - x_{11}^* y_{11}^* & = 0 \\
x_3^* - x_4^* - x_5^* & = 0 & x_3^* y_3^* - x_4^* y_4^* - x_5^* y_5^* & = 0 \\
x_5^* - x_6^* - x_{10}^* & = 0 & x_5^* y_5^* - x_6^* y_6^* - x_{10}^* y_{10}^* & = 0 \\
x_6^* - x_8^* - x_7^* & = 0 & x_6^* y_6^* - x_8^* y_8^* - x_7^* y_7^* & = 0 \\
x_7^* + x_{10}^* - x_9^* & = 0 & x_7^* y_7^* + x_{10}^* y_{10}^* - x_9^* y_9^* & = 0 \\
x_{11}^* - x_{12}^* - x_{13}^* - x_{16}^* & = 0 & x_{11}^* y_{11}^* - x_{12}^* y_{12}^* - x_{13}^* y_{13}^* - x_{16}^* y_{10}^* & = 0 \\
x_{12}^* + x_{13}^* - x_{14}^* & = 0 & x_{12}^* y_{12}^* + x_{13}^* y_{13}^* - x_{14}^* y_{14}^* & = 0 \\
x_{16}^* + x_{14}^* - x_{15}^* & = 0 & x_{16}^* y_{16}^* + x_{14}^* y_{14}^* - x_{15}^* y_{15}^* & = 0
\end{array} \qquad (22)$$

Fig 5. Réseau de transport de matière

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16
x_m	53.59	79.38	57.64	10.95	44.59	60.25	34.36	26.37	21.89	12.65	9.79	16.35	3.10	19.25	9.25	9.68
$\hat{x}_{MCR}$	55.10	66.52	57.30	11.42	45.89	59.44	34.28	25.16	20.73	13.55	9.22	16.15	2.97	19.12	9.22	9.90
$\hat{x}_{MC}$	57.02	71.83	61.31	14.81	46.50	59.74	34.28	25.46	21.04	13.24	10.52	16.82	3.21	20.03	10.52	9.51
y_m	8.38	7.11	6.11	1.22	7.03	6.99	3.98	10.44	3.03	6.04	18.82	6.91	2.39	6.02	11.59	0.20
$\hat{y}_{MCR}$	8.00	6.85	6.03	1.27	7.22	6.93	4.21	10.64	3.06	5.97	11.90	6.61	2.34	5.95	11.90	0.41
$\hat{y}_{MC}$	8.51	7.02	5.73	1.32	7.14	6.88	4.16	10.55	3.01	5.99	14.54	8.04	2.61	7.17	14.54	0.99

Tableau 6. Débits et concentrations mesurés et estimés

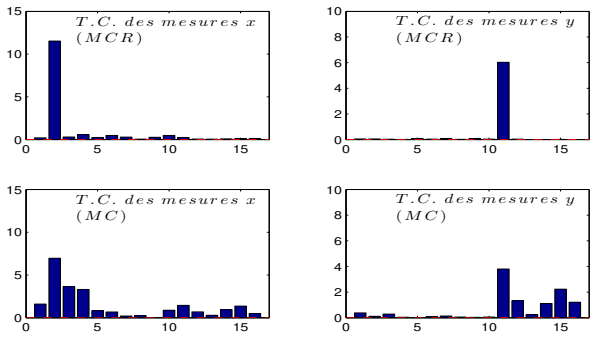


Figure 6. Termes correctifs. Moyenne sur 12 cas

4. Analyse en Composantes Principales Robuste

L'Analyse en Composantes Principales (ACP) est un outil statistique largement utilisé pour l'analyse de données collectées sur des systèmes en cours de fonctionnement afin de surveiller leur comportement. Elle a fait l'objet de nombreux développements notamment pour les systèmes à comportement non linéaire et dynamique. Lun des inconvénients majeurs de l'approche ACP ordinaire résulte de son utilisation de techniques d'estimation par moindres carrés, techniques qui échouent souvent à s'affranchir des biais de mesures accidentels. Cependant un modèle ACP peut être construit à partir des données sans filtrage préalable, cette construction étant robuste vis-à-vis de la présence de grosses erreurs. Le modèle ACP obtenu étant sain, c'est-à-dire non (ou peu) contaminé par les valeurs aberrantes, son utilisation pour le diagnostic (détection et localisation de défauts de mesure) est alors efficace.

4.1. Brefs rappels sur l'Analyse en Composantes Principales

On dispose d'une matrice de données $x \in \mathcal{R}^{N\times n}$, de vecteurs lignes x_i^T, qui rassemble les N mesures effectuées sur les n variables du système. Pour rechercher l'ensemble des axes principaux, on procède de la façon suivante :
• évaluer la matrice des variances et covariances expérimentales des données centrées :

$$\Sigma = X^T X \tag{23}$$

• résoudre par rapport à P et Λ l'équation :

$$\Sigma P = P\Lambda \tag{24}$$

$P \in \mathcal{R}^{n.n}$ étant la matrice des vecteurs propres p_i de Σ et $\Lambda \in \mathcal{R}^{n.n}$ celle, diagonale, de ses valeurs propres λ_i.

On peut également montrer que :

$$X = TP^T \quad T = XP \tag{25}$$

Les relations (25) trouvent leur intérêt lorsqu'on diminue la dimension de l'espace de représentation. Une fois déterminé le nombre ℓ de composantes à retenir, la matrice X des données peut être approximée. Pour cela la matrice des vecteurs propres est partitionnée sous la forme :

$$P = \begin{pmatrix} \hat{P} & \tilde{P} \end{pmatrix} \qquad \hat{P} \in \mathcal{R}^{n\times\ell} \tag{26}$$

A partir de la décomposition (25), on peut alors expliciter la partie $\hat{X}$ des données expliquées par les ℓ premiers vecteurs propres et la partie résiduelle $\tilde{X}$ expliquée par les composantes restantes :

$$\hat{X} = X\hat{P}\hat{P}^T = X\sum_{i=1}^{\ell} p_i p_i^T \tag{27}$$

$$\tilde{X} = X - \hat{X} = X(I - \hat{P}\hat{P}^T) \tag{28}$$

La section suivante montre comment appliquer ces relations à l'analyse d'une nouvelle observation.

4.2. Analyse en Composantes Principales Robuste

Une difficulté majeure de l'ACP provient de sa sensibilité aux valeurs aberrantes. Pour réduire cette sensibilité, différentes techniques sont utilisables et notamment celle qui consiste à réaliser l'ACP sur les données contaminées par les valeurs aberrantes en utilisant un algorithme robuste à ces valeurs aberrantes. Dans [Fekri : 2003] les auteurs définissent une matrice de variances et covariances "locale" en ce sens que la forme proposée privilégie la contribution d'observations proches au détriment d'observations éloignées dues à la présence de valeurs aberrantes. Cette matrice notée Σ^r est définie de la façon suivante en fonction des observations x_i^T (les lignes de la matrice X) :

$$\Sigma^r = \frac{\sum_{i=1}^{N-1}\sum_{j=i+1}^{N} w_{i,j}(x_i - x_j)(x_i - x_j)^T}{\sum_{i=1}^{N-1}\sum_{j=i+1}^{N} w_{i,j}}, \qquad w_{i,j} = \exp\left(-\frac{\beta}{2}(x_i - x_j)^T V^{-1}(x_i - x_j)\right) \tag{29}$$

β étant un paramètre à régler pour obtenir effectivement une réduction de l'influence des observations éloignées. Les décompositions (28) à (29) sont alors faites en utilisant Σ^r à la place de Σ.

4.3. Principe de reconstruction d'une variable

Connaissant le modèle ACP robuste, la cohérence d'un nouveau vecteur de mesure x peut être maintenant éprouvée. En considérant les résultats précédents, on peut écrire la décomposition suivante :

$$x = \hat{x} + \tilde{x} \tag{30a}$$

$$\hat{x} = C^{(\ell)}x \qquad \tilde{x} = (I - C^{(\ell)})x \tag{30b}$$

$$C^{(\ell)} = \hat{P}\hat{P}^T \tag{30c}$$

où $\hat{x}$ et $\tilde{x}$ sont respectivement la projection de x sur les espaces engendrés par les ℓ composantes principales et les $n - \ell$ composantes restantes (espace résiduel). L'analyse de l'amplitude des composantes de $\tilde{x}$ peut révéler la présence de défauts de mesure. Comme $\hat{x}$ est obtenu à partir de toutes les composantes du vecteur de mesure x, la présence d'une valeur aberrante dans le vecteur d'observation x rend l'estimé $\hat{x}$ sensible à cette valeur et pour s'en affranchir on peut exprimer cet estimé en utilisant une partie seulement du vecteur d'observation x. A partir de (30b), cherchons à estimer une composante particulière du vecteur x par exemple la r-ième. En notant c_{ij} les éléments de la matrice $C^{(\ell)}$, la r-ième composante de $\hat{x}$ (5b) s'explicite :

$$z_r = \sum_{j=1, j\neq r}^{n} c_{rj}x_j + c_{rr}x_r \tag{31}$$

où l'on a particularisé la contribution de la r-ième composante de la mesure. Si l'on souhaite ne pas utiliser la r-ième composante x_r de la mesure x, on peut remplacer, dans le membre de droite de l'équation (**??**), x_r par $\hat{z}_r$, ce qui donne (à la condition $c_{rr} \neq 1$) l'estimé recherché :

$$\hat{z}_r = \frac{\begin{pmatrix} c_{-r}^T & 0 & c_{+r}^T \end{pmatrix}}{1 - c_{rr}} x \tag{32}$$

où les indices $-r$ and $+r$ repèrent $r-1$ premiers et les $n-r$ derniers éléments du vecteur c_r. Ainsi, la r-ième composante de x est estimée en utilisant toutes ses composantes sauf la r-ième. Si cette r-ième composante de x est entachée d'erreur, alors l'estimation obtenue est insensible à cette erreur. Cette reconstruction partielle du vecteur de mesure est notée :

$$\hat{x}_r^{(\ell)} = \begin{pmatrix} x_{-r}^T & \hat{z}_r & x_{+r}^T \end{pmatrix}^T \tag{33}$$

Dans l'objectif du diagnostic, il convient d'analyser l'estimé (33) ou mieux sa projection dans l'espace résiduel et ceci pour les n reconstructions possibles selon la valeur de l'indice r. Ces projections s'explicitent :

$$\tilde{x}_r^{(\ell)} = (I - C^{(\ell)})\hat{x}_r^{(\ell)} \qquad r = 1, \ldots, n \tag{34}$$

Après report de (33) dans (34), on peur montrer que :

$$\begin{aligned} \tilde{x}_r^{(\ell)} &= P_r^{(\ell)}\, x \\ P_r^{(\ell)} &= (I - C^{(\ell)}) \left(I + \frac{\xi_r\, \xi_r^T C^{(\ell)}}{1 - \xi_r^T\, C^{(\ell)} \xi_r} \right) (I - \xi_r\, \xi_r^T) \end{aligned} \tag{35}$$

La matrice $P_r^{(\ell)}$ jouit de propriétés particulières, en particulier :

$$P_r^{(\ell)}\xi_r = 0 \tag{36}$$

$$\xi_r^T P_r^{(\ell)} = 0 \tag{37}$$

4.4. Détection et localisation de mesures aberrantes

Considérons le cas d'une donnée saine x^* corrompue par un bruit de valeur moyenne nulle ϵ et un défaut d'amplitude d agissant dans la direction ξ_f (d et ξ_f n'étant pas connu) :

$$x_m = x^* + \epsilon + \xi_f d \tag{38}$$

Dans cette expression x^* est la vraie valeur qui satisfait au modèle ACP, ξ_f le vecteur nul excepté sa f-ième composante égale à l'unité et x_m une observation disponible de x^*. En vertu de (35), le résidu calculé en reconstruisant uniquement la r^{me} composante de x s'explicite :

$$\tilde{x}_r^{(\ell)} = P_r^{(\ell)}(x^* + \epsilon + \xi_f d) = P_r^{(\ell)}(\epsilon + \xi_f d) \tag{39}$$

On peut généraliser cette analyse en calculant les matrices de projection pour les différentes directions envisageables de défaut $\xi_r,\ r = 1..n$. L'analyse de ces résidus, grâce aux propriétés (36) et (37), permet alors de détecter et localiser le défaut s'il existe. A partir de (39) on peut énoncer les deux règles :

R_1 : si la direction de reconstruction ξ_r est celle du défaut, c'est-à-dire si $r = f$, alors toutes les composantes du vecteur $P_r^{(\ell)}\xi_f$ sont nulles et $\mathcal{E}(\tilde{x}_r^{(\ell)}) = 0$

R_2 : si la direction de reconstruction ξ_r est différente de celle du défaut, alors les composantes du vecteur $P_r^{(\ell)}\xi_f$ ne sont pas a priori nulles, sauf la r^{me} composante.

L'analyse des résidus $\tilde{x}_r^{(\ell)}$ pour $r = 1..n$ est révélatrice de la présence de défauts et permet de déterminer la composante de la mesure affectée par ce défaut.

4.5. Exemple

Un exemple est construit à partir de quatre variables (x_1, x_2, x_3 et x_4) et de deux modèles. La matrice X des données comporte $N = 240$ mesures :

$$X = \begin{pmatrix} x_{1,1} & x_{1,2} & x_{1,3} & x_{1,4} \\ x_{2,1} & x_{2,2} & x_{2,3} & x_{2,4} \\ \dots & & & \\ x_N & x_{N,2} & x_{N,3} & x_{N,4} \end{pmatrix} \quad \begin{array}{l} x_{i,1} = v_i^2 + 1 + \sin(0.1i), \quad v_i \sim \mathcal{N}(0,1) \\ x_{i,2} = u_i \\ x_{i,3} = -2u_i \\ x_{i,4} \sim \mathcal{N}(0,1) \end{array} \tag{40}$$

Aux quatre variables sont ajoutées des réalisations de variables distribuées selon des lois normales centrées d'écart-type égal à 0.02. Un biais d'amplitude 3 affecte les observations 24 à 44 pour x_1, 80 à 100 pour x_2 et 140 à 160 pour x_3. La figure 7 montre l'évolution des variables centrées. En utilisant les données brutes (figure 7), nous avons

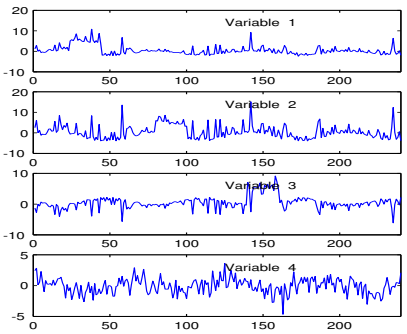


Figure 7. Données

déterminé le modèle ACP robuste. L'analyse de la décroissance des valeurs propres normalisées de la matrice des variances et covariances permet de limiter à deux le nombre de composantes principales à retenir. Les graphiques de la figure 8 visualisent les résidus $\tilde{x}_{11}, \tilde{x}_{12}, \tilde{x}_{13}, \tilde{x}_{14}$ relatifs à ($\tilde{x}_1$, $\tilde{x}_2$, $\tilde{x}_3$, $\tilde{x}_4$), définis en (36), et obtenus par projection des reconstructions de toutes les variables sans utiliser la variable 1. Pour cela, (35) a été utilisé avec la matrice de projection $P_1^{(\ell)}$ et la direction $\xi_1 = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}^T$. Le cinquième graphe de la figure 8 résulte d'un "ou" logique entre les quatre graphes précédents et traduit donc l'existence d'une projection non nulle pour l'une des quatre reconstructions.

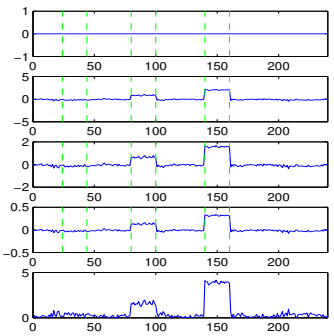


Fig 8. Projection des erreurs sans utiliser la variable 1

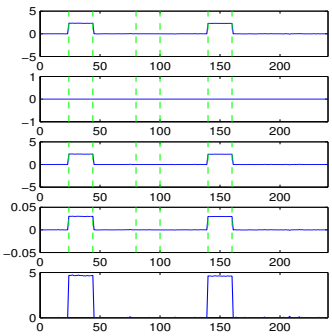


Fig 9. Projection des erreurs sans utiliser la variable 2

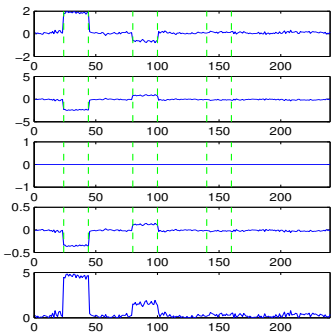


Fig 10. Projection des erreurs sans utiliser la variable 3

De façon semblable les figures 9 et 10 ont été construites avec les directions respectives $\xi_2 = \begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 & 0 \end{pmatrix}^T$ et $\xi_3 = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 1 & 0 \end{pmatrix}^T$. Pour analyser ces projections, considérons le premier intervalle temporel 24 - 44 où un défaut a été appliqué sur la variable x_1. Les quatre projections sont sensiblement nulles (figure 10) ce que visualise directement dernier graphe de cette figure. Deux hypothèses peuvent être énoncée : absence de défaut où présence d'un défaut dans la direction ξ_1 c'est-à-dire affectant x_1. L'examen de la figure 8 toujours pour l'intervalle temporel 24 - 44 révèle des projections non nulles donc l'existence d'un défaut. Comme la projection relative à la deuxième variable est nulle, c'est donc cette variable qui est en défaut. La détection et l'isolation de défaut de mesure pour cet intervalle est ainsi réalisée et peut être reconduite pour les autres intervalles temporels.

5. Conclusion

Quoique incomplète, cette présentation a voulu attirer l'attention du lecteur sur la présence de valeurs aberrantes dans les mesures. Deux points de vue sont présentés, le premier relatif à la localisation de ces valeurs aberrantes puis à leur remplacement par des valeurs de substitution, le deuxième relevant de leur accommodation c'est-à-dire de leur acceptation en minimisant leur influence dans le procédures d'estimation. Ce deuxième point de vue a été détaillé d'une part dans une procédure de validation de mesures robuste et dans l'utilisation de l'analyse en composantes principale robuste.

References

[Antolín : 2017] M. Antolín, E. Del Barrio, J-M. Loubes. A data driven trimming procedure for robust classification. 2017. $< hal - 01437147 >$

[Benaicha : 2012] A. Benaicha, G. Mourot, K. Benothman, J. Ragot. Détermination de modèles ACP pour la détection et la localisation de défauts de capteurs. Journal Européen des Systèmes Automatisés, 46(1):9-32, 2012.

[Brown : 2005] C.L. Brown, R.F. Brcich, A.M. Zoubir. Adaptive M-Estimators For Robust Covariance Estimation. http://asmda2005.enst-bretagne.fr/IMG/pdf/proceedings/872.pdf.

[Chinen : 2016] A.S. Chinen, J.C. Morgan, B.P. Omell, D. Bhattacharyya, D.C. Miller. Dynamic Data Reconciliation and Model Validation of a MEA-Based CO2 Capture System using Pilot Plant Data, IFAC-PapersOnLine, 49(7) 639-644, 2016.

[Dai : 2016] X. Dai, L. Jin, A.Shi, L. Shi. Outlier detection and accommodation in general spatial models. Statistical Methods and Applications, 25:453-475, 2016.

[Dixon : 1950] W.J. Dixon. The Annals of Mathematical Statistics. 21(4), 488-506, 1950.

[Du : 2018] S.S. Du, Y.Wang, S. Balakrishnan, P. Ravikumar, A. Singh. Robust Nonparametric Regression under Huber's contamination Model, arXiv:1805.10406, 2018.

[Fekri : 2003] M. Fekri, A. Ruiz-Gazen. Robust weighted orthogonal regression in the errors-in-variables model. Journal of Multivariate Analysis 88, 89-108, 2003.

[Francken : 2009] J. Francken, D. Maquin, J. Ragot, B. Bèle. Simultaneous data reconciliation and parameter estimation. Application to a basic oxygen furnace., IFAC Proceedings Volumes, 42 (19), 86-91, 2009.

[Guo : 2016] S. Guo, P. Liu, Z. Li. Inequality constrained nonlinear data reconciliation of a steam turbine power plant for enhanced parameter estimation. Energy 103:215-230, 2016.

[Imtiaz : 2004] S.A. Imtiaz, S.L. Shah, S. Narasimhan. Missing Data Treatment Using Iterative PCA and Data Reconciliation, IFAC Proceedings Volumes, 37(9), 2004.

[King : 2017] M. King. Data Reconciliation. in Statistics for Process Control Engineers: A Practical Approach, John Wiley & Sons, Ltd, Chichester, UK, 2017.

[Mandel : 1998] D. Mandel, A. Abdollahzadeh, D. Maquin, J. Ragot. Data Reconciliation by Inequality Balance Equilibration: a LMI Approach. International Journal of Mineral Processing, 53, 157-169, 1998.

[Maquin : 1991] D. Maquin, J. Ragot. Comparison of gross errors detection methods in process data. 30th IEEE Conference on Decision and Control, 2253-2261, Brighton, 1991.

[Potter : 1977] J.E. Potter, M.C. Suman. Thresholdless redundancy management with arrays of skewed instruments. Integrity in electronic flight control systems. AGARDograph, 224:15-25, 1997.

[Poulin : 2009] É. Poulin, D. Hodouin, L. Lachance. Estimation of Measurement Error Variances in Data Reconciliation Using a Flow Distribution Model, IFAC Proceedings Volumes, 42(10), 976-981, 2009.

Instrumentation d'une plateforme d'essais pour l'étude du stockage-déstockage d'énergie sensible et son couplage avec la ventilation naturelle

Miguel Chen Austin[1,5], Alain Sommier[1-3], Denis Bruneau[2,4], Alain Sempey[1-3], Laurent Mora[1-3]

(1) Université de Bordeaux, I2M, UMR 5295, F-33400 Talence, France
(2) CNRS, I2M, UMR 5295, F-33400 Talence, France
(3) Arts et Métiers ParisTech, I2M, UMR 5295, F-33400 Talence, France
(4) GRECCAU, EA 7482, ENSAP Bordeaux, 33405 Talence, France
(5) Universidad Tecnológica de Panamá, Ciudad de Panamá, Panamá
[miguel.chen, alain.sommier, alain.sempey, laurent.mora]@u-bordeaux.fr, denis.bruneau@bordeaux.archi.fr
miguel.chen@utp.ac.pa

1. Introduction : Contexte et plateforme d'essais

Le recours à l'étude détaillée des transferts de chaleur et de masse œuvrant dans tout système énergétique en bâtiment, passif ou actif, est pertinent dans le but de développer des systèmes plus performants ou de proposer des améliorations concernant les systèmes existants, ceci dans le but de réduire la consommation d'énergie liée au rafraîchissement estival de bâtiments. Une solution réside dans l'optimisation de recours au travers de la régulation des systèmes énergétiques ou même du pilotage des éléments mobiles de l'enveloppe, c'est-à-dire, ses ouvrants de ventilation naturelle (volets, fenêtres, etc.) et occultations solaires (persiennes, rideaux, etc.).

Dans ce cadre, une plateforme expérimentale a été mise en place sur le campus de l'Université de Bordeaux ; elle est issue de la compétition interuniversitaire Solar Decathlon Madrid 2012. Cette plateforme a été conçue de façon à favoriser le stockage passif d'énergie sensible diurne en hiver et le déstockage semi-passif nocturne en été. Pour ces fonctions de stockage-déstockage, la plateforme possède les dispositifs architecturaux suivants : (*i*) une dalle inerte en béton derrière une façade vitrée orientée au Sud ; (*ii*) des ouvrants de ventilation naturelle pilotables, et (*iii*) des persiennes pilotables, en façades Sud et Nord et en shed. L'enveloppe de cette plateforme enferme un volume d'air d'environ 211 m^3 et une surface totale de plancher d'environ 68 m^2 (42 m^2 de dalle en béton). Les façades Est et Ouest sont composées des placards externes recouverts d'ossature bois, 32 cm d'isolant, ainsi que des placards internes en bois.

Dans ce travail, l'étude du stockage et déstockage menée vise à mettre en place une modélisation thermique-aéraulique simplifiée, avec l'objectif d'identifier quels sont les transferts les plus importants qui doivent se prendre en compte afin de modéliser la dynamique de la température de l'air intérieur. Dans ce but, les caractéristiques architecturales de l'enveloppe de la plateforme permettent, dans un premier temps, d'envisager une modélisation admettant trois éléments principaux : le volume d'air intérieur ventilé, la dalle en béton qui est l'élément le plus lourd de l'enveloppe, et le débit d'air de ventilation naturelle dû aux effets du vent et du tirage thermique. Dans ce cas, les deux premiers éléments nécessitent tout d'abord une définition des surfaces essentielles entourant le volume d'air et la dalle afin de représenter de façon simplifiée les échanges convectifs et radiatifs respectivement.

2. Approche expérimentale et configuration d'essais

L'approche expérimentale, implémentée pour l'étude du stockage et déstockage, a consisté à instrumenter l'ambiance intérieure de la plateforme d'essais en termes de mesures de températures d'air et de surface (32 thermocouples de type T), en termes de densité de flux thermique (20 modules Peltier (cf. Figure 1 (a)) et 10 fluxmètres Captec® à mode comparatif uniquement), et en termes de vitesse d'air (2 anémomètres fil chaud). L'ensemble de ces capteurs ont été étalonnés par nos soins, sauf pour les fluxmètres Captec® (15 cm x 15 cm x 0,05 cm et sensibilité d'environ 123 $\mu V m^2/W$). Une procédure standard a été suivie pour étalonner les thermocouples (à ±0,4°C d'incertitude absolue)

et les anémomètres ; les modules thermoélectriques (3 cm x 3 cm x 0,48 cm et sensibilité d'environ 246 µVm^2/W) ont été étalonnés en suivant la procédure proposée dans [1] (cf. Figure 1 (b)).

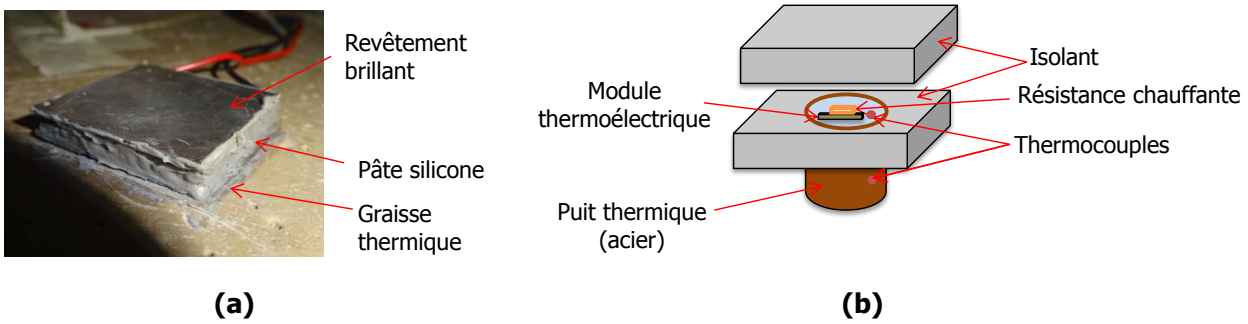


Figure 1. Mise en œuvre des modules thermoélectriques (a) et dispositif d'étalonnage [3] (b).

2.1. Qualification du flux thermique en surface

La mesure directe de la densité de flux thermique en surface permet de distinguer sa part convective de sa part radiative, ceci en utilisant deux capteurs de flux : un recouvert d'une surface noire et l'autre d'une surface brillante [1-4]. Un modèle semi-empirique a été mis en place pour la distinction plus précise (du fait que les revêtements de surfaces ne sont pas parfaitement réfléchissante ni émissive) des parts convective et radiative ; ceci est basé sur un bilan de flux en surface des deux capteurs (cf. Figure 2).

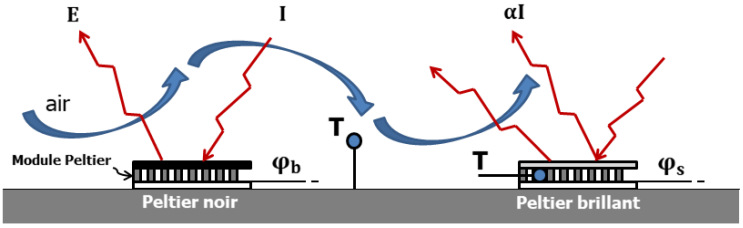


Figure 2. Bilan de flux en surface de capteurs à surface noire et brillante.

Ainsi, l'écriture du bilan pour le capteur à surface noire (b) et brillante (s) est, respectivement, comme suivre :

$$\varphi_b = \alpha_b I + \varepsilon_b \sigma {T_b}^4 + h_C \Delta T_b \quad (1)$$

$$\varphi_s = \alpha_s I + \varepsilon_s \sigma {T_s}^4 + h_C \Delta T_s \quad (2)$$

où φ symbolise la mesure directe des capteurs de flux en W.m^{-2}, I représente la densité du flux total radiatif incident en W.m^{-2}, h_C représente le coefficient d'échange convectif en W.m^{-2}.K^{-1}, et ΔT représente la différence de température entre l'air proche de la surface (à env. 10 cm) et la température de la surface. Les constants α, ε, et σ sont l'absorptivité thermique, l'émissivité thermique, et la constant de Stefan-Boltzmann, respectivement. Ces deux bilans de flux nous permettent alors d'exprimer les deux grandeurs suivantes :

$$I = \frac{\varphi_s}{\varepsilon_s - \varepsilon_b} - \frac{\varphi_b}{\varepsilon_s - \varepsilon_b} + \frac{\sigma\left(\varepsilon_s {T_s}^4 - \varepsilon_b {T_b}^4\right)}{\varepsilon_s - \varepsilon_b} \quad (3)$$

$$h_C = \frac{\varepsilon_b}{\varepsilon_b - \varepsilon_s}\left(\frac{\varphi_s}{\Delta T_s}\right) - \frac{\varepsilon_s}{\varepsilon_b - \varepsilon_s}\left(\frac{\varphi_b}{\Delta T_s}\right) \quad (4)$$

Ainsi, ces deux expressions et quelques hypothèses retenues, nous amènes à exprimer les parts convectives (φ_C) et radiatives (φ_R) en termes des émissivités des surfaces noire (b) et brillante (s) comme suivre :

$$\varphi_C = \frac{\varepsilon_s}{\varepsilon_s - \varepsilon_b}\varphi_b - \frac{\varepsilon_b}{\varepsilon_s - \varepsilon_b}\varphi_s \quad (5)$$

$$\varphi_R = \frac{\varepsilon_b}{\varepsilon_b - \varepsilon_s}\varphi_b - \frac{\varepsilon_b}{\varepsilon_b - \varepsilon_s}\varphi_s. \quad (6)$$

D'entre ces hypothèses, du fait que les occultations solaires étaient fermées pendant toutes les campagnes de mesures et que la plage de température rencontrée dans l'ambiance intérieur au long de ces campagnes est faible (15 – 40 °C), l'hypothèse d'une radiation CLO négligeable et l'hypothèse de Kirchhoff qui annonce l'égalité sur la valeur de l'absorptivité et l'émissivité ($\alpha = \varepsilon$) [5], ont étaient retenues. En plus, plusieurs expériences préliminaires ont montré que notre précision sur la mesure des températures ne nous permet pas de distinguer celles des modules Peltier à surface noire et brillante due au faible écart entre leurs températures. Finalement, la température de ces modules est considérée comme étant la même de celle de la surface où ils sont disposés.

Une analyse de sensibilité a montré la forte influence introduite par l'incertitude de la valeur de l'émissivité de la surface brillante (ε_s) sur la valeur estimée de la densité du flux convectif (φ_C). En conséquence, la procédure classique ISO 18434-1:2008(E) pour déterminer la valeur d'émissivité d'une surface a permis d'estimer une valeur de 0,069±0,014 pour ε_s et une valeur de 0,953±0,012 pour ε_b [1]. Les incertitudes liées à l'estimation des densités de flux convectif et radiatif sont présentées en forme de barres d'erreurs sur les graphiques.

2.2. Configuration d'essais d'ouverture-fermeture des ouvrants

Pour observer le stockage et le déstockage, des pôles de mesures contenant les capteurs mentionnés ci-dessus ont été apposés en surface de dalle (cf. Figure 3, à gauche), au plafond et sur le vitrage central en façade Sud. Afin de solliciter la plateforme, trois campagnes de mesures ont été réalisées en période estivale (voir tableau 1), considérant trois scénarios d'ouverture-fermeture de ses ouvrants de ventilation naturelle (cf. Figure 3, à droite) : (N°1) tout fermé la nuit et le jour ; (N°2) tout ouvert uniquement quand la température de l'air intérieure est supérieure à celle de l'air extérieur (le système domotique de la plateforme permet de piloter ces scénarios) ; (N°3) tout ouvert la nuit et le jour. Afin de limiter les apports radiatifs extérieurs, les persiennes sont restées fermées pendant l'ensemble de ces campagnes de mesures.

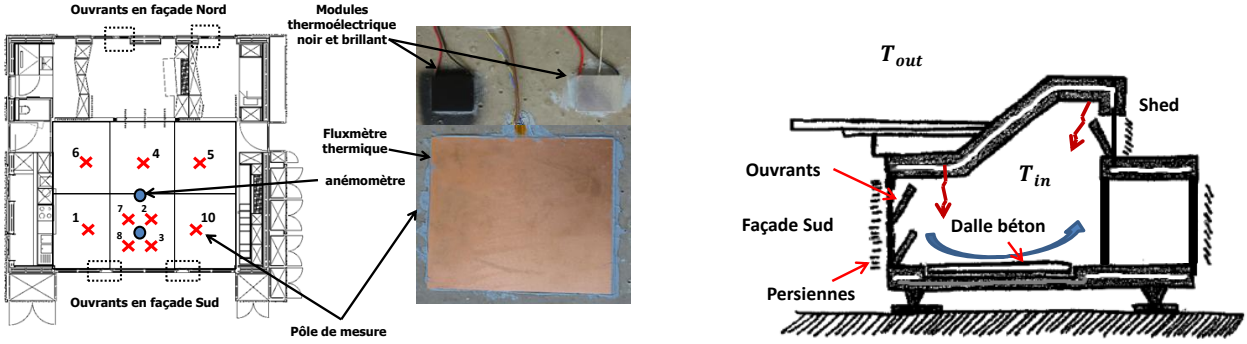


Figure 3. Approche expérimentale. A gauche : métrologie installée en surface de dalle. A droite : ouvrants actifs (Sud et shed) lors des scénarios.

Configuration d'ouvrants de ventilation naturelle								
			Période diurne ($T_{in} < T_{out}$)			Période nocturne ($T_{in} > T_{out}$)		
Essai	**Dates**	**Durée**	**Au Nord**	**Au Sud**	**Au shed**	**Au Nord**	**Au Sud**	**Au shed**
N°1	23/5/17, 12 – 17/9/17	4 j	Fermés			Fermés		
N°2	27/7 – 12/9/16	35 j	Fermés			Fermés	Ouverts	Ouverts
N°3	25/5 – 29/5/17	4 j	Fermés	Ouverts	Ouverts	Fermés	Ouverts	Ouverts

Tableau 1. Configuration d'ouverture-fermeture des ouvrants de ventilation naturelle.

3. Résultats expérimentaux et discussion

Pendant les campagnes de mesures, la météorologie était essentiellement ensoleillée et anticyclonique (conditions extérieures typiques de la période estivale) : absence du vent les nuits et présence du vent seulement les jours du 22 au 26 août, et présence du vent le jour et la nuit du 8

septembre. On a choisi de présenter un pair avec la même météorologie, mais différentes de l'autre pair. Les résultats du scénario N°2 sont présentés sur la figure 4 : à gauche les flux thermiques et à droite les températures ; ces résultats sont pris du pôle de mesure n°8 (cf. Figure 3 à gauche). Dans un premier temps, le stockage et le déstockage peuvent s'observer en figure 4 à gauche, dont les valeurs positives et négatives des densités de flux représentent le stockage et le déstockage, respectivement en surface de dalle et au plafond.

3.1. Analyse qualitative du stockage et déstockage

Sur la figure 4 à gauche, comme attendu, le stockage a lieu plutôt pendant la période diurne (zones blanches, ouvrants fermés), notamment « fort » par rayonnement en surface de dalle (ligne orange), et « fort » par convection en surface du plafond (ligne violette). Le déstockage a alors lieu plutôt pendant la période nocturne (zones grises, ouvrants ouverts), notamment « fort » par convection en surface de dalle (ligne noire), et pas de déstockage par rayonnement en surface de dalle ni en surface de plafond. Ici, les mots « faibles » et « fort » font référence à une comparaison entre les valeurs rencontrées dans les essais N°2 et N°3, par rapport aux valeurs trouvées dans l'essai N°1 (cf. Figure 5 à gauche).

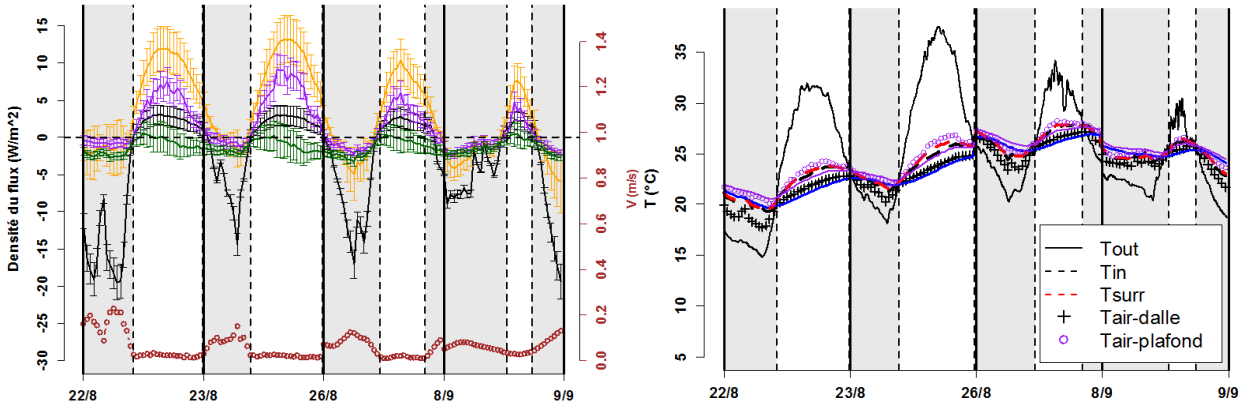


Figure 4. Résultats de l'essai N°2. A gauche : Densité de flux. En surface de dalle : convectif φ_C (ligne noire), radiatif φ_R (ligne orange) et vitesse d'air (ligne marron). En surface du plafond : convectif (ligne violette) et radiatif (ligne verte). A droite : températures correspondantes, dont surface de dalle (ligne bleu solide), et surface du plafond (ligne violette solide). Zones grises : ouvrants ouverts.

Les résultats du scénario N°1 sont présentés sur la figure 5 : à gauche les flux thermiques et à droite les températures ; ces résultats sont pris du pôle de mesure unique au centre du vitrage en façade Sud. Les densités de flux en surfaces de dalle et du plafond présentent une dynamique similaire vue ci-dessus, mais des niveaux plus faibles à cause des ouvrants fermés. Par contre, en surface (côté ambiance intérieure) de vitrage en façade Sud, on s'aperçoit qu'il existe un transfert de l'extérieur vers l'intérieur le jour et l'inverse de l'intérieur vers l'extérieur la nuit.

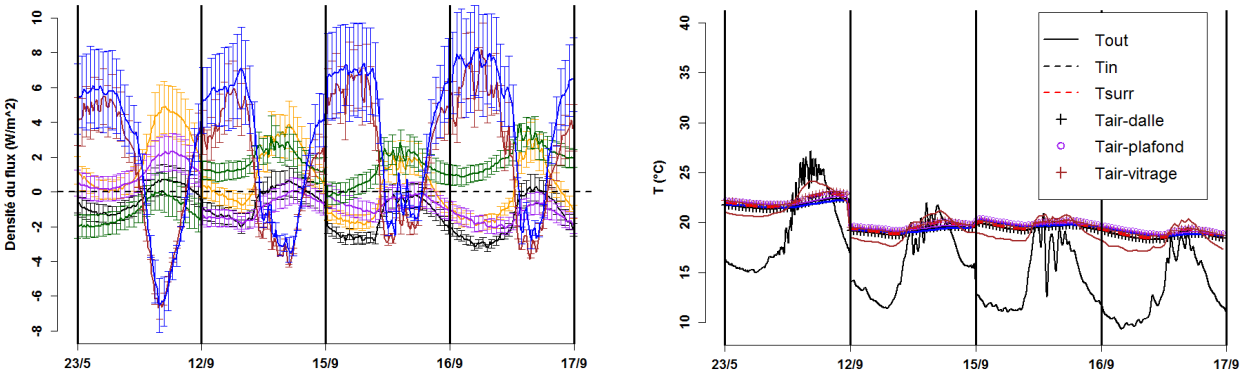


Figure 5. Résultats de l'essai N°1. A gauche : Densité de flux. En surface de dalle : convectif φ_C (ligne noire), radiatif φ_R (ligne orange). En surface du plafond : convectif (ligne violette) et radiatif (ligne verte). En surface de vitrage : convectif (ligne marron) et radiatif (ligne bleu). A droite : températures correspondantes, dont surface de dalle (ligne noire solide), surface du plafond (ligne violette solide), et surface de vitrage (ligne marron solide).

Sur la figure 4, le « fort » transfert par rayonnement en surface de dalle (ligne orange) peut être expliqué par le fait que tandis que cette dalle est l'élément thermique le plus lourd, les autres surfaces intérieures de l'enveloppe (façade vitrée, portes, plafond) se déstockent vers elle. En effet, le transfert radiatif entre la façade vitrée et la dalle est le plus fort pendant la période diurne (d'après les résultats de l'essai N°1 et N°3).

La forte convection en surface du plafond (cf. Figure 4 à gauche, ligne violette) peut être due aux infiltrations d'air extérieur ; cet air, étant plus chaud que celui de l'intérieur, tend à rester en haut de la plateforme à cause d'une masse volumique plus faible et chauffe le plafond. Pendant la période nocturne (zones grises, ouvrants ouverts), le cas contraire s'avère pour la convection, dont « forte » en surface de dalle (ligne noire) et « faible » en surface du plafond (ligne violette). Les ouvrants de ventilation naturelle étant ouverts, laissent passer l'air extérieur notamment plus frais que l'intérieur, ce qui à cause d'une masse volumique plus importante tend à rester en bas de la plateforme et vient déstocker la dalle qui a été chargée pendant la période diurne.

Ainsi, le couplage entre la ventilation naturelle et le déstockage de la dalle est bien mis en évidence par la dynamique présentée du flux convectif (cf. Figure 4 à gauche, ligne noire). Ce dernier présent des valeurs significativement différentes lors de l'ouverture d'ouvrants (zones grises), que de la fermeture de ceux-ci (zones blanches) ; mis aussi en évidence par la dynamique présentée par la mesure de vitesse d'air (cf. Figure 4 à gauche, ligne marron). Ces moments d'ouverture des ouvrants mettent en place l'effet de la ventilation naturelle sur la plateforme en traînant un flux d'air supérieur à ce qui pourrait être traîné par infiltrations dans les moments de fermeture des ouvrants. Ces effets de la ventilation naturelle, en absence du vent selon la météorologie, sont plutôt dus au tirage thermique créés par la différence de température entre l'intérieur et l'extérieur de la plateforme.

Ce stockage et déstockage conséquents peuvent aussi se mettent en évidence par la dynamique des températures de surfaces. Sur la figure 4 à droite, les températures en surface de dalle (ligne bleue) et en surface du plafond (ligne violette) parviennent leurs valeurs maximales pendant le jour ce qui manifeste la conséquence entraînée par un processus de stockage. Au contraire, ces températures parviennent à leurs valeurs minimales à la fin de la période d'ouverture des ouvrants (zones grises), ce que manifeste aussi la conséquence entraînée par un processus déstockage. La proximité des températures d'air proches des surfaces de dalle (ligne noire « + ») et du plafond (ligne à boules vides violettes), et les températures de ces surfaces, correspondent bien aux faibles niveaux de densités du flux convectifs à chacune de surfaces : le jour pour la dalle (entre les zones blanches) et la nuit pour le plafond (entre les zones grises). Tenant en compte qu'une des grandeurs responsables de la valeur de la densité du flux convectif est l'écart de température air-surface et que la vitesse d'air est l'autre, la mesure de cette dernière proche de la surface de dalle (cf. Figure 4 à gauche, ligne à boules marron) corresponde bien aussi aux faibles niveaux des densités de flux convectif (cf. Figure 4 à gauche, ligne noire) pendant le jour (zones blanches).

D'autre part, le fort stockage par radiation en surface de dalle correspond bien à l'écart importante entre sa température (ligne bleue) et celle des environs radiatifs (ligne rouge pointillée) pendant le jour (zones blanches) par rapport à l'écart entre ces deux températures pendant l'ouverture des ouvrants de ventilation. Ceci correspond tout de même aux faibles densités de flux radiatif trouvées (cf. Figure 4 à gauche, ligne orange, zones grises).

3.2. Utilité de la métrologie installée

Une des avantages de la métrologie choisie vient du fait de la valeur de la sensibilité des capteurs de flux thermique, car ceci permet de mesurer des faibles niveaux de flux avec une bonne précision (compromis entre capteur et chaîne de mesure). Aussi, le coût des modules Peltier semble plus attractif par rapport à un fluxmètre classique de la même taille, les premiers étant d'une différence d'environ 10 fois moins cher que les derniers. Toutefois, l'utilisation de cette métrologie amène à prendre en compte certaines précautions, par exemple, deux travaux expérimentaux suggèrent que l'épaisseur des modules Peltier a une influence importante sur l'estimation de la densité du flux convectif d'un facteur de deux par rapport à l'estimation de cette grandeur à partir de fluxmètres à gradient tangentiel [1,6]. En revanche, l'estimation de la densité du flux radiatif a été prouvée d'être fiable à partir de ces deux

capteurs. D'autre part, le temps de réponse des modules Peltier amène à limiter leur utilisation aux systèmes de régime assez longs dû aux matériaux utilisé dans leur fabrication. Dans notre cas, ce dernier ne pose pas de problème, car les dynamiques des échanges thermiques en surface comportent plusieurs heures.

D'autres travaux ont étudié la modification de la nature de la surface où les capteurs de flux sont disposés, notamment des fluxmètres à gradient tangentiel du type Captec® [4,7]. Ici, la forte ou faible influence du capteur dépend du type de surface, par exemple, sur des parois lourdes, e.g., béton, cette influence est faible et les mesures de température et flux sont dites fiables. Cependant, sur des parois avec caractéristiques isolantes, l'influence des capteurs de flux devient assez importante. Dans ce cas, une correction est proposée dans [4]. Au contraire, en ce qui concerne aux modules Peltier, aucune étude aussi détaillée a été reportée dans la littérature.

4. Conclusions

Une plateforme d'essais a été fortement instrumentée, en termes de mesures de température et densité de flux thermique, ceci dans le but d'étudier le couplage entre stockage-déstockage d'énergie sensible par le bâtiment et ventilation naturelle de celui-ci. Cette instrumentation, calibrée soigneusement, amène des résultats de mesures permettant la mise en évidence tout d'abord qualitative du stockage et du déstockage nous confirmant que la dalle est plutôt chargée par radiation le jour et déchargée par convection la nuit (dû à une ventilation naturelle installée). Tout de même, on confirme aussi que la surface du plafond est plutôt chargée par convection le jour et qu'il existe très peu ou bien aucun déstockage vers l'ambiance intérieure la nuit. De plus, la surface (côté ambiance intérieure) de vitrage en façade Sud aide à charger l'ambiance intérieure le jour, et à la décharger la nuit.

Ce dernier nous amène à conclure que la modélisation de la température d'air intérieur a besoin de tenir compte séparément des échanges convectifs entre l'air et la dalle en béton, le plafond et les vitrages en façade Sud, en plus des échanges thermiques dû au renouvellement de l'air induit par les infiltrations (ouvrant fermés) et la ventilation naturelle (ouvrants ouverts). Ces résultats expérimentaux sont la pierre angulaire du modèle mis en œuvre actuellement, en vue de piloter la température d'air intérieure au bâtiment à partir d'une mesure de température radiative de surface de la dalle stockeuse.

5. Références

1. Y. YANG, « Innovative non-destructive methodology for energy diagnosis of building envelope », Thèse à l'Université de Bordeaux (2017)
2. A. SOMMIER, E. DUMOULIN, I. DOUIRI, C. CHIPEAU, « Characterization of sponge cake baking in an instrumented pilot oven », International Journal of Food Studies, Vol. 1, pp 144-158 (2012)
3. Y. CHERIF, A. JOULIN, L. ZALEWSKI, S. LASSUE, « Superficial heat transfer by forced convection and radiation in a horizontal channel », International Journal of Thermal Sciences, Vol. 48, N°9, pp 1696-1706 (2009)
4. S. LASSUE, B. DUTHOIT, P. THERY, « A convective and radiative flux sensor for designing thermal comfort controllers », Journal of Indoor Environment,1.5, pp 293-299 (1992)
5. Necati ÖZISIK, « Heat Transfer: A Basic Approach », McGraw-Hill, ISBN: 0-07-047982-8 (1985)
6. M. CHEN AUSTIN, « Couplage entre ventilation naturelle et stockage-déstockage d'énergie sensible en bâtiment : approche expérimentale et modélisation », Thèse à l'Université de Bordeaux (2018)
7. P. HERIN, « Conception et caractérisation de capteurs de flux radiatif et convectif : application aux mesures in situ », Thèse à l'Université de Lille Flandres Artois (1988)

Modélisation des propriétés rhéologiques des pâtes céréalières à partir d'un système laser à jet d'air innovant

Adrien Rebillard *(1,2,3,4), Eloïse Lancelot (1,2,3), Joran Fontaine (1,2,3,4), Niveditha Asaithambi (5), Dominique Dellavalle (1), Alain Le-Bail (1,2,3)*

1. ONIRIS, BP 82225, 44322 Nantes– France
2. UMR GEPEA CNRS 6144, 44307 Nantes – France
3. UBL (Université Bretagne Loire)
4. VMI, 85600 Saint Hilaire de Loulay – France
5. Indian Institute of Food Processing Technology, Pudukkottai Road, Thanjavur, Tamil Nadu 613005 – India

1. Introduction

En panification, la qualité du produit final dépend de toutes les étapes depuis la formulation jusqu'à la cuisson, mais le mélange est souvent considéré comme l'une des plus importantes. En effet, plusieurs modifications physiques, chimiques et physico-chimiques interviennent durant le pétrissage de la pâte où les ingrédients de la pâte sont répartis de manière homogène avec une hydratation suffisante pour assurer un gonflement des particules de farine. Une pâte viscoélastique capable de conserver les noyaux de gaz qui pousseront pendant la phase de fermentation est ainsi obtenue [1]. Cependant, un temps de mélange optimal est nécessaire pour obtenir le volume et la texture souhaitée. Si la pâte est sous-mélangée ou mélangée bien au-delà de son développement maximal, un pain de qualité inférieure est produit. Les différents changements observés pendant le pétrissage inclus l'hydratation des particules de farine, la formation du réseau de gluten, une augmentation de température attribuée à de la dissipation visqueuse et une augmentation de l'aération de la pâte par l'incorporation de petites bulles. Ces bulles jouent un rôle essentiel dans la texture de la pâte en produisant des sites de nucléations intervenant dans l'étape de fermentation et pouvant affecter la formation de la croûte. La détermination du temps optimal de pétrissage est une décision subjective prise par l'opérateur en réalisant des manipulations (toucher, élongation, collant etc…). Une autre alternative pour déterminer le temps optimal de pétrissage est de suivre la puissance fournie par le moteur du pétrin pour conserver la vitesse de l'outil. En effet, la puissance augmente jusqu'à un maximum au-delà duquel le réseau de gluten s'affaibli, la pâte est alors considérée comme surpétrie. Le temps optimal défini par le boulanger et celui défini par la courbe de puissance sont généralement très proches [2].

Depuis quelques années, de nombreux efforts ont été faits pour améliorer les techniques permettant l'étude des propriétés rhéologiques. Des instruments tels que le rhéomètre ou le texturomètre sont donc couramment utilisés pour mesurer les propriétés rhéologiques des pâtes [3]. Cependant, ces techniques sont très chronophages et ne sont pas assez précises pour les produits alimentaires viscoélastiques non linéaires. Pour surmonter ces difficultés, un nouvel instrument plus efficace, le système laser à jet d'air a été développé en adaptant un système breveté permettant d'analyser la fermeté des fruits et les propriétés viscoélastiques de liquides et de gels [4]–[7]. Cette étude a pour but de caractériser la rhéologie des pâtes céréalières à différents états de pétrissage grâce au système laser à jet d'air.

2. Matériels et méthodes

2.1 Ingrédients

Une recette simple à base d'eau, farine et sel a été utilisée. La farine de type 55 (humidité relative de 12.5%) a été fournie par la minoterie Giraudineau (France). La formulation est indiquée dans le tableau 1 et une température de base pour toutes les expériences a été fixé à 55°C.

Sl. No	Ingredients	Weight(g)	Flour (%)	Mass (%)	Temperature
1.	Flour	3090.2	100.0	61.8	20.2
2.	Water	1854.1	60.0	37.1	14.3
3.	Salt	55.6	1.8	1.1	20.5
Total		**5000**	**161.8**	**100**	**55**

Tableau 1 Formulation de la pâte

2.2 Pétrissage

Le pétrissage a été réalisé dans un pétrin à spirale (SPI11, VMI-France). Une phase de pré-mélange a été effectuée à vitesse lente (100tr/min) pendant 120s puis le pétrissage a été effectué à 200 tr/min (outil spirale) jusqu'au surpétrissage sur une durée totale de 600s. Un échantillonnage a été effectué à intervalles réguliers (105s) après la phase de pré-mélange afin d'évaluer les changements dans la rhéologie de la pâte tout au long du pétrissage. Ce processus d'échantillonnage permet de différencier la pâte en trois états principaux : sous-pétrissage, pétrissage optimum et surpétrissage. Les paramètres de température, puissance et énergie consommée sont enregistrés pendant le pétrissage.

2.3 Système laser à jet d'air

Le système prototype laser à jet d'air (ONIRIS) se compose d'une buse d'air combinée avec un laser. La buse impose un jet d'air qui crée un impact sur la surface des produits. La déformation créée par cet impact est instantanément mesurée par le laser par triangulation. Une pression d'air constante de 1 bar est appliquée. La courbe résultante est similaire à celle obtenue avec un essai de fluage et de recouvrance. Le système d'acquisition a un taux d'acquisition de 1000 Hz.

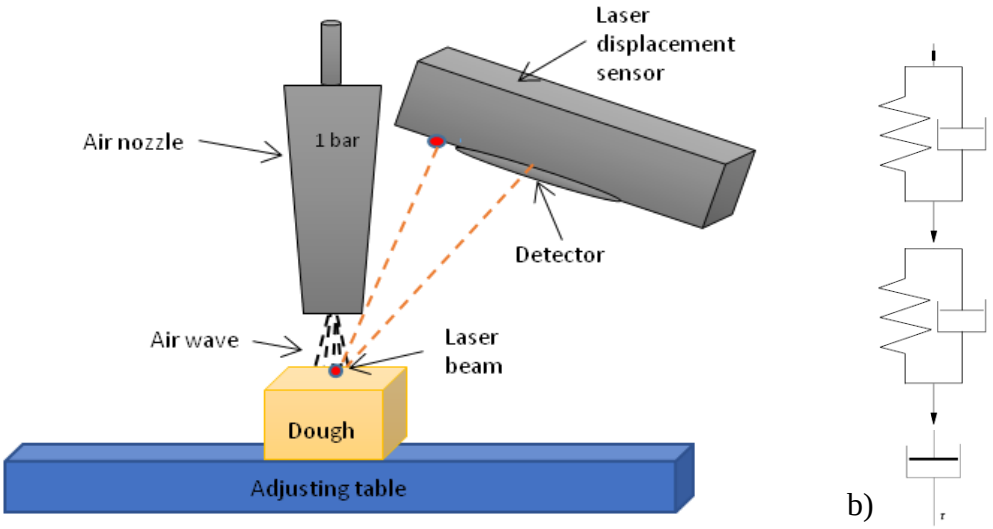


Figure 1 a) Description du système, b) modèle Kelvin-Voigt à trois éléments

Un modèle Kelvin-Voigt à trois éléments a ensuite été utilisé pour extraire des paramètres importants des courbes expérimentales tels que le module de stockage et de perte, le module de complaisance ou le module de Young.

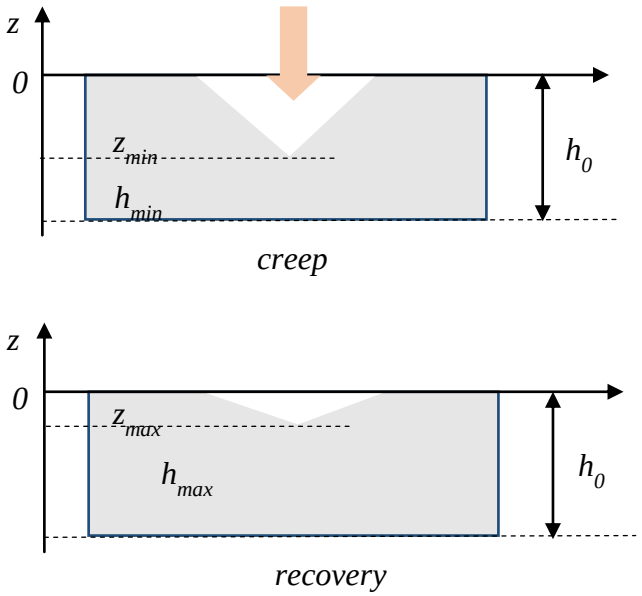


Figure 2 Modélisation du système à jet d'air

$$\varepsilon(t) = Ln\left(\frac{h(t)}{h_0}\right) \quad \text{.....(Eq.6)}$$

$$h - z = h_0 \quad \text{.....(Eq.7)}$$

$$z(t) = h_0\left[\exp\left(\varepsilon(t)\right) - 1\right] \quad \text{.....(Eq.8)}$$

Valeurs expérimentales

$$\varepsilon_{creep-viscous} = \text{Ln}\left(\frac{h_{\max}}{h_0}\right) \quad \text{.....(Eq.9)}$$

$$\varepsilon_{creep-\ total} = \text{Ln}\left(\frac{h_{\min}}{h_0}\right) \quad \text{.....(Eq.10)}$$

Valeurs théoriques

$$\varepsilon_{creep-viscous} = -\sigma_0\left(\frac{t_0}{\eta_0}\right) \quad \text{.....(Eq.11)}$$

$$\varepsilon_{creep-elastique} = -\sigma_0\left(\frac{1}{G_1}\left(1-\exp\left(-\frac{t_0}{\theta_1}\right)\right)+\frac{1}{G_2}\left(1-\exp\left(-\frac{t_0}{\theta_2}\right)\right)\right) \quad \text{.....(Eq.12)}$$

$$\varepsilon_{creep-total} = -\sigma_0\left(\frac{1}{G_1}\left(1-\exp\left(-\frac{t_0}{\theta_1}\right)\right)+\frac{1}{G_2}\left(1-\exp\left(-\frac{t_0}{\theta_2}\right)\right)+\frac{t_0}{\eta_0}\right) \quad \text{.....(Eq.13)}$$

$$\varepsilon_{recovery}(t) = -\sigma_0\left(\frac{1}{G_1}\left(1-\exp\left(-\frac{t_0}{\theta_1}\right)\right)\exp\left(-\frac{t}{\theta_1}\right)+\frac{1}{G_2}\left(1-\exp\left(-\frac{t_0}{\theta_2}\right)\right)\exp\left(-\frac{t}{\theta_2}\right)\right) \quad \text{.....(Eq.14)}$$

Avec η_0 Viscosité de frottement en Pa.s

t_0 Durée de fluage en s

θ_1 Temps de retard n°1 en s

θ_2 Temps de retard n°2 en s

G_1 Module de Young n°1 en Pa

G_2 Module de Young n°2 en Pa

3. Résultats

Au cours du pétrissage, des prélèvements ont été réalisés toutes les 105s. Pour chaque prélèvement, trois mesures ont été effectuées avec le système laser à jet d'air en imposant une pression de 1.5 bars. Il est possible d'observer une augmentation de la profondeur de pénétration du jet d'air dans la pâte jusqu'au temps optimal de pétrissage (environ 405s) puis une stabilisation de cette valeur en surpétrissage (Figure 3). La viscosité a tendance à diminuer tandis que le module de complaisance augmente très nettement jusqu'au surpétrissage. Ces résultats sont cohérents avec les mesures de porosité réalisées en parallèle et qui montrent que l'incorporation d'air atteint son maximum autour du temps optimal de pétrissage. Dans la mesure où le système impose une déformation très inférieure à 0,1s, la réponse matérielle est due aux éléments structurels "plus lisses", ie les bulles de gaz. Il semble donc pertinent qu'avec une fraction d'air plus élevée, la pâte subit une déformation plus élevée pour la contrainte normale donnée.

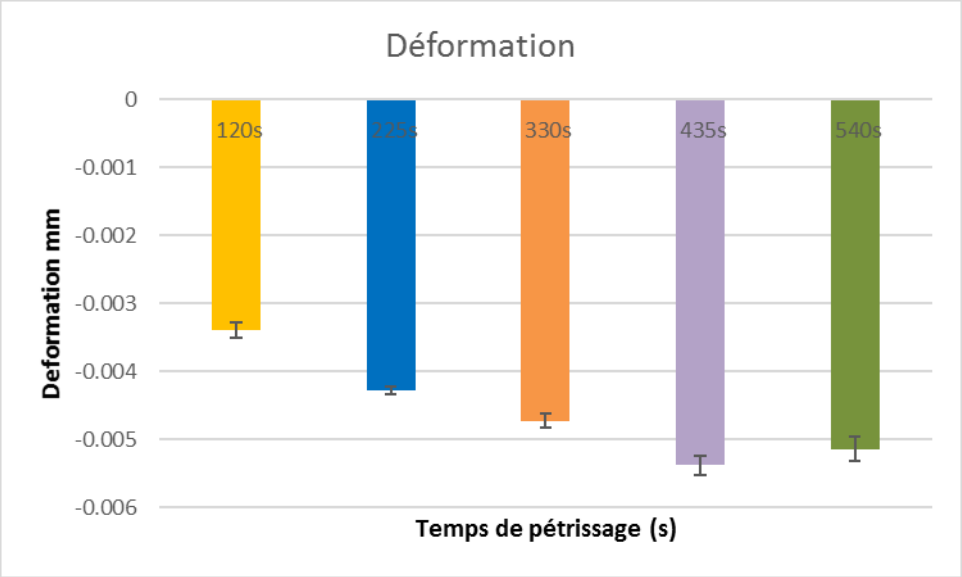


Figure 3 Profondeur de pénétration du jet d'air dans la pâte en fonction du temps de pétrissage

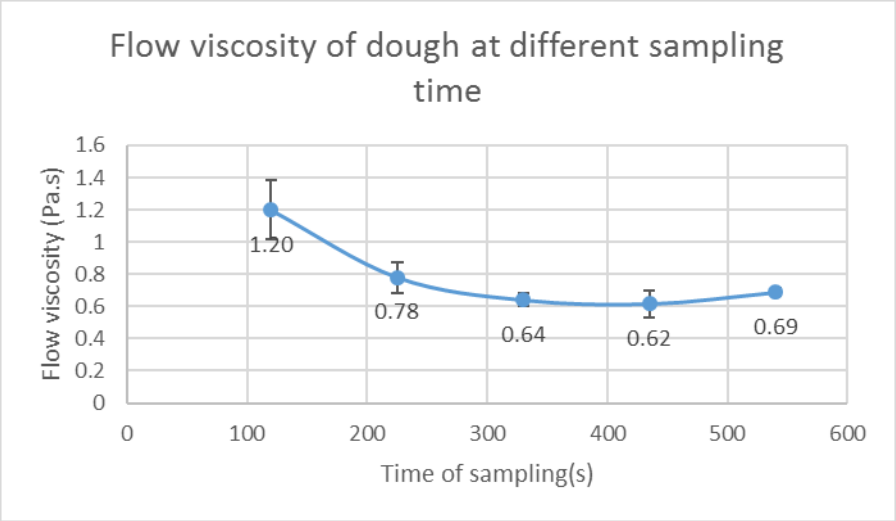


Figure 4 Viscosité d'écoulement (Pa.s) en fonction du temps de pétrissage

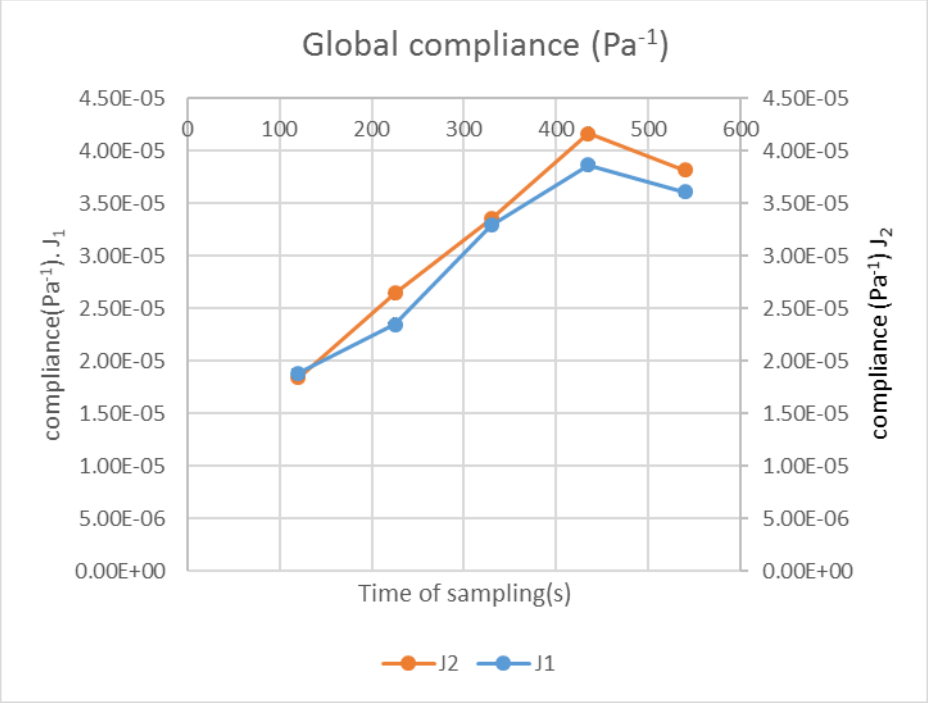


Figure 5 : Évolution de la complaisance globale (Pa^{-1}) en fonction du temps de pétrissage

4. Conclusions

Les résultats du système laser à jet d'air ont montré une forte corrélation avec les caractéristiques rhéologiques ainsi qu'avec la porosité de la pâte. En comparant les résultats avec ceux d'autres instruments rhéologiques, on a constaté que l'écart-type de ce système était plus faible et que l'interprétation des données était plus élevée. Ce système peut être donc utilisé efficacement hors ligne et éventuellement en ligne pour sa précision, sa facilité, sa rapidité et ses résultats non destructifs. Il pourrait donc être facilement intégré en tant qu'instrument de mesures rhéologiques dans l'industrie.

5. Références

[1] A. H. Bloksma, "Rheology of the Breadmaking Process," *Am. Assoc. Cereal Chem.*, no. 2, 1990.

[2] N. Wellner *et al.*, “Changes in Protein Secondary Structure during Gluten Deformation Studied by Dynamic Fourier Transform Infrared Spectroscopy,” *Biomacromolecules*, vol. 6, no. 1, pp. 255–261, 2005.

[3] M. R. Amjid, A. Shehzad, S. Hussain, M. A. Shabbir, M. R. Khan, and M. Shoaib, “A comprehensive review on wheat flour dough rheology,” *Pakistan J. Food Sci.*, vol. 23, no. 2s, pp. 105–123, 2013.

[4] S. Prussia, J. Astleford, B. Hewlett, and Y.-C. Hung, “Non-Destructive Firmness Measuring Device,” 1994.

[5] F. R. Bamelis and J. G. De Baerdemaeker, “Use of the Foodtexture Puff Device to monitor milk coagulation.,” *J. Dairy Sci.*, vol. 89, no. 1, pp. 29–36, 2006.

[6] Y. S. Lee, C. M. Owens, and J. F. Meullenet, “A novel laser air puff and shape profile method for predicting tenderness of broiler breast meat.,” *Poult. Sci.*, vol. 87, no. 7, pp. 1451–7, 2008.

[7] S. Morren *et al.*, “Applicability of the foodtexture puff device for rheological characterization of viscous food products,” *J. Texture Stud.*, vol. 46, no. 2, pp. 94–104, 2015.

6. Remerciements

Ce projet a été financé par la société VMI, ONIRIS et l’ANR à travers le LABCOM MIXI-LAB (ANR- 15-LCV3-0006-01).

Mesures par Imagerie de Résonance Magnétique en sciences pour l'ingénieur

Jean-Christophe Perrin, Sébastien Leclerc, Maude Ferrari, Christian Moyne, Didier Stemmelen

Université de Lorraine, CNRS, LEMTA, F-54000 Nancy, France

Le champ d'application de la Résonance Magnétique Nucléaire est vaste : elle est utilisée couramment comme méthode spectroscopique d'analyse en chimie, pour la résolution de structures d'échantillons solides et biologiques ou encore, plus récemment, pour des études métaboliques. Le grand public connaît l'existence de la RMN par les images anatomiques et fonctionnelles dans le domaine médical. Si ces méthodes ont conquis une grande variété d'utilisateurs, c'est parce qu'elles donnent accès à des paramètres à la fois à l'échelle moléculaire et macroscopique et qu'elles permettent de suivre des phénomènes dans le temps. L'imagerie par résonance magnétique (IRM) permet notamment d'accéder aux hétérogénéités structurales à l'échelle de quelques centaines de microns, aux cartographies de concentration, de vitesse, voire de température. Alors que l'IRM est utilisée de façon efficace dans des systèmes du génie civil et de l'agroalimentaire [1], nous développons ici quelques exemples d'études dans le domaine des sciences pour l'ingénieur au sens large : transport en milieux poreux, rhéologie de fluides complexes et transport d'eau dans des membranes polymères. Ces études ont en commun de mettre en œuvre des appareillages et méthodologies dédiés aux objets et aux conditions expérimentales. Elles ont été réalisées sur des spectromètres opérant à des champs magnétiques de 2.34 T (Bruker Biospec 24/40, 100 MHz) et 14.1T (Bruker AVANCE III à large entrefer, 600 MHz).

Ecoulements diphasiques en milieu poreux

L'étude des écoulements diphasiques en milieu poreux revêt un intérêt considérable dans l'industrie pétrolière (estimation des réserves exploitables, optimisation des techniques de récupération…) mais également dans le secteur de l'industrie chimique (réacteurs catalytiques, séparation et extraction) ou dans le domaine de l'hydrogéologie (pollution des aquifères par les NAPL). Ceci explique l'importance des travaux visant à améliorer la description des écoulements multiphasiques en milieu poreux. En particulier, l'écoulement simultané de deux fluides non miscibles (eau-huile) dans un milieu poreux n'est pas toujours bien décrit par la loi de Darcy généralisée qui ne prend en compte que la saturation en eau-huile en tant que variable descriptive supplémentaire.

En utilisant la technique d'IRM, nous avons cherché à étudier le déplacement de deux fluides non miscibles, l'eau et l'huile, dans un milieu poreux en examinant les effets simultanés des forces de gravité, de viscosité et de tension superficielle [2]. Il est connu que le caractère mouillant ou non-mouillant de chacun des fluides, à l'égard de la phase solide composant le milieu poreux, est un facteur important et joue par exemple un rôle essentiel dans la récupération assistée des hydrocarbures. Nous nous sommes intéressés plus particulièrement à la dynamique du front de déplacement eau-huile, à sa déformation et au piégeage de l'huile.

L'IRM a été utilisée pour observer expérimentalement le déplacement de l'huile par de l'eau dans des milieux poreux modèles, à savoir des colonnes cylindriques de diamètre 34 mm et de longueur 100 mm constituées de billes de verre, de billes en polystyrène ou de sable compacté. L'eau est injectée par le bas à l'aide d'un pousse-seringue et chasse l'huile vers le haut. La technique IRM utilisée a consisté à diluer une faible quantité de chlorure de manganèse ($MnCl_2$) dans l'eau injectée afin d'en raccourcir les temps de relaxation RMN et d'éteindre très rapidement le signal de l'eau. Ceci permet d'obtenir des images IRM où le signal observé provient uniquement de l'huile (en gris clair sur les images) et non de l'eau (en noir sur les images). Les images ont été obtenues sur le spectromètre fonctionnant à 600 MHz et équipé d'un dispositif de micro-imagerie. Elles correspondent à des coupes d'une épaisseur de 1 mm, subdivisées en pixels de taille 0.2 mm x 0.2 mm. La durée d'acquisition des images est d'environ 4 minutes pour les images dans le plan vertical. Huit coupes horizontales, espacées entre elles de 4 mm, sont également réalisées simultanément sur une durée totale d'environ 4 minutes. Ces durées d'acquisition sont relativement courtes au regard de la durée complète de

l'expérience (une vingtaine d'heures). L'ensemble de ces images nous donne une information très complète de la dynamique de progression des deux fluides dans le milieu poreux.

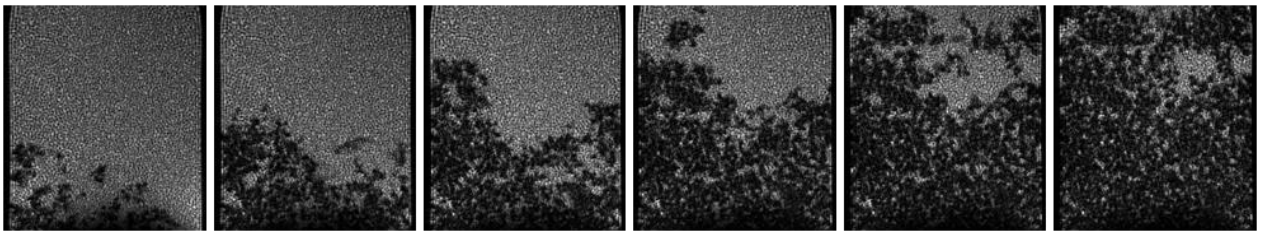


Figure 1. Coupes verticales d'une expérience de déplacement eau-huile dans un modèle de billes en polystyrène (diamètre 0.6 mm) avec un débit d'injection d'eau de 0.12 ml / min. L'acquisition du signal IRM a été faite toutes les 15 minutes. L'eau est injectée par le bas. Le milieu saturé en huile apparaît en gris clair et saturé en eau, en noir.

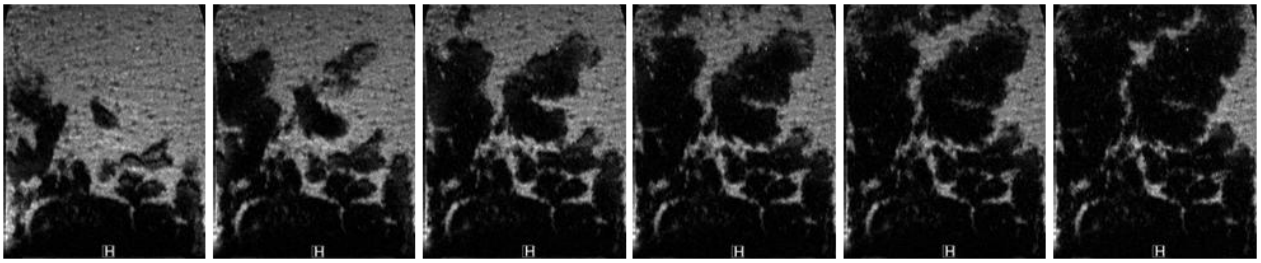


Figure 2. Coupes verticales d'une expérience de déplacement eau-huile dans une colonne de sable compacté (grains entre 0.05 mm et 0.16 mm) avec un débit d'injection d'eau de 0.12 ml / min. L'acquisition du signal IRM a été faite toutes les 15 minutes. L'eau est injectée par le bas. Le milieu saturé en huile apparaît en gris clair et saturé en eau, en noir.

Les résultats obtenus (fig. 1 et 2) montrent des comportements très différents suivant la mouillabilité des surfaces solides, mais également une très grande sensibilité aux effets d'hétérogénéité du milieu poreux (variation de granulométrie, présence de fractures, chemins préférentiels...). L'outil IRM est aussi d'une grande utilité pour obtenir une description statistique et quantitative de la répartition des deux fluides dans la matrice poreuse et notamment pour évaluer la fraction résiduelle d'huile en fin d'essai. Nous avons également mené des essais pour quantifier l'influence de l'ajout de polymères dans l'eau pour en augmenter la viscosité ou de tensio-actifs pour modifier les effets de capillarité, et notamment en vue d'une comparaison des fractions résiduelles d'huile.

Rhéologie de suspensions de fibres.

Les suspensions de fibres non-browniennes sont couramment utilisées dans des procédés industriels, en particulier dans la fabrication du papier et l'industrie du textile. La caractérisation de la rhéologie de ces suspensions n'est pas triviale. En effet, elles ont un comportement thixotrope, c'est-à-dire que leur viscosité varie au cours du temps lorsqu'elles sont sous contrainte. La rhéologie globale obtenue classiquement avec un rhéomètre n'est pas suffisante pour prédire la courbe d'écoulement d'un tel système. Afin d'avoir accès à la rhéologie locale, et en raison de l'opacité des suspensions de fibres, les profils de vitesse sont obtenus par mesures IRM. L'étude est menée pour différents taux de cisaillement et fractions volumiques [3].

Les fibres étudiées sont des fibres textiles teintées en polyamide (fig. 3 a) b)). Elles mesurent 500 µm et ont un diamètre de 18 µm. Elles sont ajoutées à un mélange eau / glycérol isodense. Les suspensions utilisées dans cette étude ont une fraction volumique ϕ comprise entre 0 et 0.164. L'étude de l'écoulement de ces suspensions se fait dans un dispositif de Taylor-Couette à large entrefer (fig. 3c) d)) où seul le cylindre intérieur tourne. Il a été spécialement conçu pour être utilisé à la fois en IRM et dans un rhéomètre. Il est ainsi possible de comparer les mesures de rhéologie globale et locale dans les mêmes conditions expérimentales.

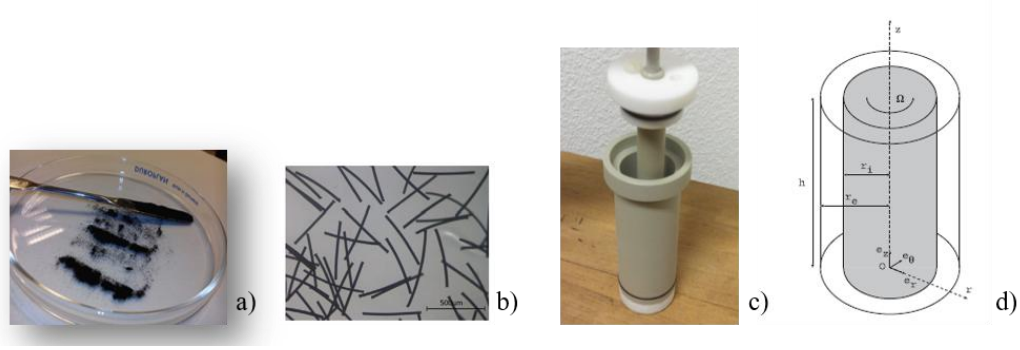


Figure 3. Dispositifs expérimentaux a) Fibres de textile teintées en polyamide b) Image au microscope des fibres (d=18µm, l=500µm) c) Cellule de Taylor-Couette en plastique compatible avec le spectromètre IRM d) Géométrie du dispositif : ri=7.5mm, re= 15.5mm et h= 84mm.

Les profils de vitesse [4] sont acquis sur le spectromètre Bruker Avance III 600 à l'aide d'une séquence de type spin-écho avec encodage de la vitesse [5,6]. Les profils obtenus ont une résolution spatiale d'environ 30 µm. La rotation est assurée par un dispositif de Rhéo-RMN fabriqué par Magritek. Le protocole expérimental est le suivant : la vitesse angulaire suit une rampe croissante (6, 9, 15, 21, 30 et 42 tr/mn) puis une rampe décroissante. Chaque étape est maintenue jusqu'à ce que l'état stationnaire soit atteint et un profil de vitesse est acquis (fig. 4 a)).

Nous avons ainsi pu mettre en évidence que pour des faibles concentrations ($\phi < 0.017$), la suspension se comportait comme un fluide newtonien (fig. 4 a)) : tout le fluide est en écoulement, les fibres n'ont pas d'interaction entre elles et la viscosité est constante. Pour des fractions volumiques plus élevées ($0.017 < \phi < 0.05$), le fluide devient alors rhéofluidifiant et se comporte comme un fluide à seuil (écoulement au-dessus d'une certaine contrainte). Pour des fractions volumiques supérieures à 0.117 seule une partie du fluide est en écoulement, l'autre se trouve figée (fig. 4 b)). Les fibres s'organisent et s'orientent ce qui confère à la suspension un caractère irréversible. Comme les fibres sont non-browniennes, l'orientation qu'elles ont prise lors du taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ le plus élevé, est conservée au cours de la phase décroissante de la vitesse du cylindre intérieur. Ainsi, la zone d'écoulement est fixe pendant la décroissance de la rampe de vitesse. Enfin lorsque la fraction volumique atteint 0.159, le système se bloque (« jamming transition ») à des taux de cisaillement élevés. C'est ce que montre la figure 4 c) où la contrainte de cisaillement τ augmente brutalement. La viscosité apparente de la suspension diverge (fig. 4 d)) et on atteint alors la fraction volumique critique [7].

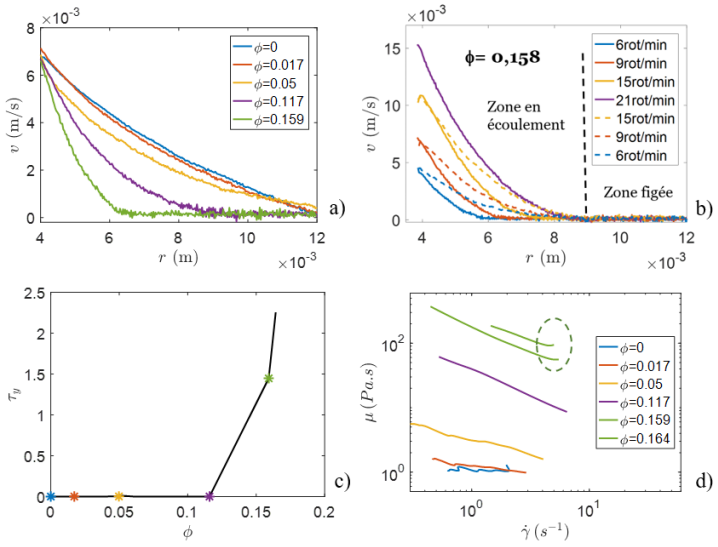


Figure 4. Résultats expérimentaux a) Profils de vitesse obtenus par IRM pour différentes fractions volumiques avec une vitesse angulaire de 9 rot/min b) Profils de vitesse obtenus par IRM pour une fraction volumique à différentes vitesses de rotation (vitesses croissantes (-) et décroissantes (--)) c) Variation de la contrainte de cisaillement en fonction de la fraction volumique d) Variation de la viscosité en fonction du taux de cisaillement

Cet exemple montre comment il a été possible de caractériser la rhéologie locale d'une suspension de fibres non-browniennes à partir de profils de vitesse obtenus par IRM.

Observation de la convection naturelle dans des fluides complexes.

L'étude des transferts thermiques par conduction et convection représente un vaste champ d'applications industrielles et environnementales. L'apparition et l'évolution des instabilités thermo-convectives ainsi que leur dynamique représentent un intérêt majeur car les transferts thermiques sont améliorés lors du passage du régime conductif au régime convectif. Dans cette étude, la configuration étudiée est celle de Rayleigh-Bénard, pour laquelle l'origine de l'instabilité convective est due à un gradient vertical de température entre deux plaques horizontales. Lorsque la différence de température est faible et le fluide visqueux, le régime est purement conductif et il n'y a pas d'écoulement du fluide. Passé une certaine différence de température, des structures convectives se forment et l'écoulement démarre. La forme de ces structures (polygones, rouleaux, bifurcations…) va dépendre des propriétés du fluide considéré ainsi que de l'écart de température entre les deux plaques. L'IRM est une technique intéressante pour étudier ce phénomène car il est possible de cartographier différentes grandeurs physiques caractéristiques, notamment la vitesse d'écoulement [8] et la température [9].

Afin de réaliser ces expériences, nous avons construit un dispositif (fig. 5) qui s'insère dans une antenne IRM commerciale (Doty Scientific Inc.) de 15.5 cm de diamètre. Ce dispositif est composé d'une cavité centrale cylindrique en PMMA de 12 cm de diamètre et de 2 cm de hauteur contenant le fluide à observer. De chaque côté de la cavité, nous avons disposé une enceinte permettant la circulation des fluides nécessaire à la régulation de la température. Des plaques en saphir assurent la conduction thermique entre la cavité et les fluides en circulation. Des thermocouples sont placés aux entrées et sorties afin de contrôler la température de ces fluides. Les matériaux ont été choisis afin de répondre aux contraintes de l'IRM : ils doivent être amagnétiques à proximité de l'imageur et non conducteurs dans la zone de détection. Les plaques en saphir ont été préalablement testées afin de vérifier qu'elles n'entrainent pas de distorsion des images à leur surface. En effet, les mesures aux parois du dispositif sont critiques si l'on souhaite quantifier correctement les transferts thermiques dans le système.

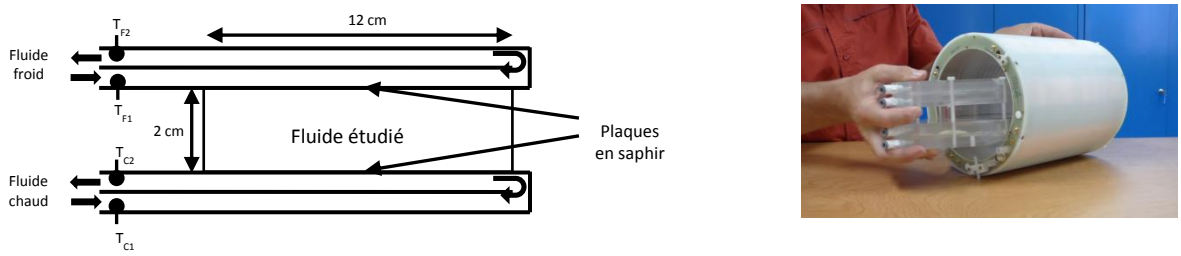


Figure 5. Schéma du dispositif expérimental (gauche) et disposition dans l'antenne de mesure (droite).

Le système a été testé sur un fluide newtonien afin de mettre au point les cartographies de vitesse et de température [10]. Nous avons obtenu un excellent accord entre les mesures de vitesse et de température (fig. 6). La précision des mesures de température est de l'ordre du degré. Nous avons aussi utilisé ce dispositif avec des fluides complexes tels que le xanthane [11], qui présente un caractère rhéofluidifiant. Dans les deux cas, nous avons pu observer l'apparition de structures convectives dont la forme varie avec la température. Dans le cas du glycérol, il apparait d'abord des rouleaux aux faibles écarts de températures, puis des bifurcations ont lieu lorsque cet écart augmente. Dans le cas du xanthane, en plus de ces structures, on observe la présence de polygones lorsque l'écart de température est très faible, avant l'apparition de rouleaux.

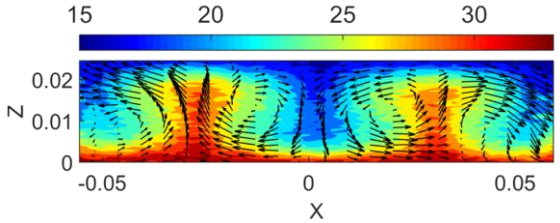


Figure 6. Superposition des cartes de vitesse et de température dans du glycérol pour un écart de température de 13.5 °.

Les premiers résultats obtenus avec ce dispositif sont très encourageants, et nous allons par la suite étudier des fluides plus complexes tels que des matériaux à changement de phase dans le cadre d'études sur le stockage de la chaleur.

Diffusion de l'eau dans les membranes électrolytes pour piles à combustible.

L'eau joue un rôle crucial dans le fonctionnement des piles à combustible à membrane échangeuse de protons (PEMFC). Il s'agit en effet à la fois du principal produit de la conversion énergétique dans la pile et du milieu de transport ionique (H^+) à travers la membrane électrolyte. Actuellement, les membranes à base de polymère PFSA (Perfluoro Sulfonic Acid Membranes, dont le Nafion®) sont les plus utilisées car elles présentent à la fois de bonnes propriétés de transport vis-à-vis des ions H^+ et une bonne stabilité chimique et mécanique. Depuis plusieurs années, nous utilisons des méthodes RMN et IRM pour étudier le transport d'eau dans ces matériaux et comprendre en particulier les relations structure/transport [12,13] ainsi que l'influence de vieillissements sur les propriétés [14]. Le polymère Nafion étant perfluoré, il représenté un bon système d'étude pour la RMN car le signal détecté provient uniquement de l'eau dans la membrane, non des chaînes polymères. La faible épaisseur des membranes (20 à 250 µm), par contre, représente une difficulté expérimentale et l'accès aux propriétés de l'eau dans une membrane unique passe nécessairement par le développement de bobines radiofréquences adaptées à la géométrie du système (2D). C'est le cas des spires de surface utilisées pour la mesure du coefficient d'autodiffusion de l'eau dans des membranes sous traction (fig. 7 a)) et pour l'imagerie de la teneur en eau à travers la membrane (fig. 7 d)). Ces bobines sont des circuits résonants servant ici à la fois à l'excitation du système et la réception du signal de résonance magnétique. La résistance du circuit doit être de 50 Ω, valeur de l'impédance du câble coaxial. L'inductance et la résistance sont utilisées pour réaliser l' « accord » de la sonde. Le facteur de qualité Q de la spire est lié à la sensibilité de la réception et est déterminé notamment par la longueur des impulsions radiofréquences et le temps mort.

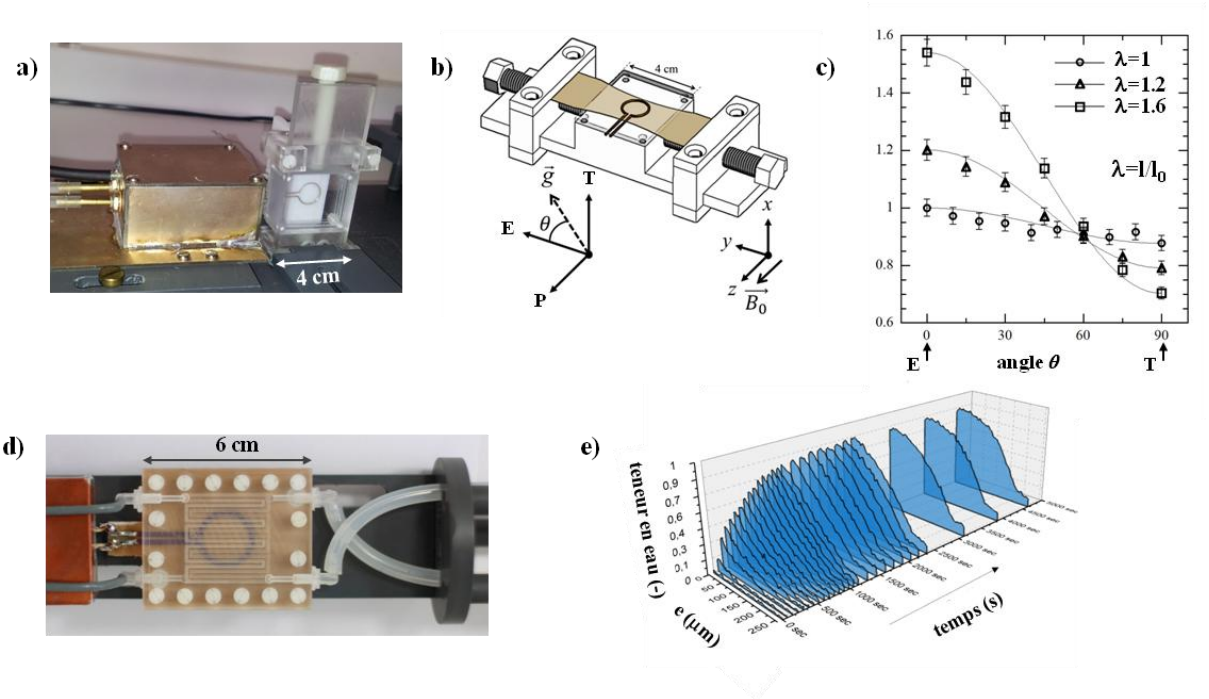


Figure 7. Dispositifs expérimentaux pour la mesure du coefficient d'autodiffusion a), b), c) et de l'évolution temporelle de la teneur en eau d) et e) dans une membrane polymère électrolyte utilisée dans les piles à combustible.

Dans le cas de la mesure de l'autodiffusion de l'eau dans les membranes sous traction, la spire (∅ = 10 mm) est positionnée sous l'échantillon étiré par deux mords coulissants (fig. 7b)). L'application d'impulsions de gradients de champ magnétique (g) intenses le long de différents axes permet de caractériser l'anisotropie de la diffusion dans la structure contrainte. La figure 7 c) présente ainsi l'évolution du coefficient de diffusion normalisé en fonction de la direction de mesure θ et pour

différent rapports d'étirement λ et montre l'accélération de la diffusion le long de la direction d'étirement E et son ralentissement dans la direction transverse T [12].

Pour réaliser l'imagerie de la teneur en eau au travers du plan d'une membrane fine avec de bonnes résolutions spatiales (~ 6 μm/point) et temporelles (< 1 min/profil) une spire en cuivre de diamètre 2 cm a été gravée sur un support en Teflon® (fig. 7d)) [15]. Les faces supérieures et inférieures de la membrane peuvent être mises au contact de flux d'air humides à hygrométrie contrôlée grâce à des plaques en PMMA dans lesquelles sont gravés des canaux d'alimentation en serpentin. La figure 7 e) montre l'évolution temporelle de profils de teneur en eau dans une membrane de 250 μm d'épaisseur initialement sèche et soumise à t = 0 à un flux d'air humide à HR ~ 90% sur sa face supérieure (à gauche sur la figure). L'analyse de la forme des profils donne accès à l'évolution du coefficient de diffusion en fonction de la teneur en eau de la membrane. Cette relation peut ensuite être utilisée pour alimenter les modèles de transport des PEMFC en fonctionnement.

Références

1. F. Mariette, S. Rodts, P. Faure, P. Moucheront, M. Musse, A. Davenel, G. Collewet, T. Lucas, *L'actualité chimique* n°364-365 (2012).
2. J. Fannir, S. Leclerc, I. Panfilov, D. Stemmelen, *Conférence ECMOR XVI, Barcelone 3-6 sept. 2018.*
3. M. Jenny, M. Ferrari, N. Gaudel, S. Kiesgen de Richter, *EPL,* 121 34003 (2018).
4. S. Rodts, F. Bertrand, S. Jarny, P. Poullain, P. Moucheront, *Comptes Rendus Chimie*, 7 275 (2004).
5. A. Hanlon, S. Gibbs, L. Hall, D. Haycock, W. Frith, S. Ablett, *Magnetic Resonance Imaging*, 16 953 (1998).
6. J. Raynaud, P. Moucheront, J. Baudez, F. Bertrand, J. Guilbaud, P. Coussot, *Journal of Rheology*, 46 709 (2002).
7. A. Fall, F. Bertrand, D. Hautemayou, C. Mezière, P. Moucheront, A. Lemaître, G. Ovarlez, *Physical Review Letters. 114* 098301 (2015).
8. P.T. Callaghan, *Reports on Progress in Physics*, 62, 599-670 (1999).
9. V. Rieke, K. Butts Pauly. *Journal of Magnetic Resonance Imaging*, 27-2, 376-390 (2008).
10. S. Leclerc, C. Métivier, *Experiments in Fluids*, 59 :34 (2018).
11. M. Darbouli, C. Métivier, S. Leclerc, C. Nouar , M. Bouteera, D. Stemmelen, *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 95, 742-754 (2016).
12. M. Klein, J.-C. Perrin, S. Leclerc, L. Guendouz, J. Dillet, O. Lottin, *Macromolecules 46* 23 9259 (2013).
13. A. El Kaddouri, J.-C. Perrin, T. Colinard, C. Moyne, S. Leclerc, L. Guendouz, O. Lottin, *Macromolecules, 49* 19 7296 (2016).
14. M. Robert, A. El Kaddouri, J.-C. Perrin, S. Leclerc, O. Lottin, *Journal of the Electrochemical Society*, 165 6 F3219 (2018).
15. M. Klein, J.-C. Perrin, S. Leclerc, L. Guendouz, J. Dillet, O. Lottin, *ECS Transactions*, 58 1 283 (2013).

Caractérisation électromagnétique en bande L du béton de chanvre

Mehdi Ferhat[(1)], Fares Bennai[(2,4)], Badreddine Ratni[(3)], Eric Vourc'h[(1)], Kamilia Abahri[(2)], Françoise Schmitt[(1)], Franck Daout[(1)]

(1) SATIE, UMR CNRS 8029, ENS Paris-Saclay, Université Paris-Saclay
61 Avenue du président Wilson, 94230 Cachan, France
(2) LMT, UMR CNRS 8535, ENS Paris-Saclay, Université Paris-Saclay
61 Avenue du président Wilson, 94230 Cachan, France
(3) LEME, EA 4416, Université Paris Ouest
50 Rue de Sèvres, 92410 Ville d'Avray
(4) LaSIE, UMR CNRS 7356, Université de La Rochelle
Avenue Michel Crépeau, 17042 La Rochelle Cedex, France

1. Introduction

Les matériaux biosourcés (i.e. à base de fibres végétales) tels que les bétons de chanvre, de bois, de lin ont vocation, de par leurs propriétés, à jouer un rôle dans l'isolation thermique et la régulation hydrique des futurs bâtiments. Leur utilisation s'inscrit dans une optique d'efficacité énergétique des bâtiments tout en respectant le cycle d'une économie circulaire grâce aux matériaux verts [1]. La caractérisation hydrique et thermique (HT) de ces matériaux poreux est nécessaire du point de vue fonctionnel. Elle demande de développer des méthodes d'instrumentation adaptées, sensibles à leurs paramètres HT**.** Les mesures de permittivité diélectrique sont de bonnes candidates pour caractériser l'humidité dans les matériaux poreux tels que les bétons et plus spécifiquement les bétons bio-sourcés. En effet, la permittivité diélectrique de l'eau, qui présente une partie réelle de l'ordre de 81 à 293 °K, contraste avec celle des autres éléments des matériaux poreux (par exemple l'air et les particules solides) qui vont de 1 à quelques unités (toujours en considérant la partie réelle de la permittivité diélectrique). Parmi les méthodes électromagnétiques, deux types peuvent être distingués : les mesures par réflectométrie et celles en réflexion/transmission. La méthode TDR (*Time Domain Reflectometry*) [2] est à ranger parmi la première catégorie. Elle est basée sur l'insertion de tiges métalliques grâce auxquelles une onde électromagnétique se propagera dans le milieu à caractériser puis sur la mesure du temps de vol de l'onde le long des tiges dont on estime la permittivité diélectrique effective du milieu. Cette méthode est précise mais inadaptée aux matériaux dispersifs. Dans ce cas, des mesures de réflectométrie large bande mettant en œuvre des sondes à effet de bout peuvent être envisagées [3]. Toutefois, il peut être difficile d'estimer la permittivité diélectrique du matériau à partir de telles mesures, car on ne dispose pas nécessairement d'un modèle direct des interactions sonde/milieu, en particulier lorsque le volume élémentaire représentatif de ce dernier nécessite l'utilisation d'une sonde de « grande » dimension.

Dans cet article, nous proposons d'utiliser des dispositifs de mesure en transmission et réflexion [4] pour lesquelles des modèles analytiques de propagation et des techniques d'inversion permettent d'estimer le spectre diélectrique du matériau sous test. Les dispositifs considérés sont réalisés à partir de guides rectangulaires fonctionnant dans la bande L [1.7 GHz – 2.6 GHz] et présentant des dimensions respectant le volume élémentaire représentatif du béton de chanvre à caractériser.

Le plan de l'article est le suivant : la section 2 décrit les caractéristiques et propriétés du béton de chanvre ainsi que la façon dont nous réalisons le conditionnement hydrique d'échantillons préalablement à leur caractérisation diélectrique. La section 3 présente l'approche expérimentale de spectroscopie diélectrique en bande L. La section 4 présente quant à elle les résultats expérimentaux de caractérisation diélectrique d'un échantillon conditionné à différentes humidités relatives. Enfin, des conclusions sont données en section 5.

2. Béton de chanvre et conditionnement hydrique des échantillons

Le béton de chanvre (figure 1a) est un matériau d'éco-construction composé d'un liant à base de chaux, d'eau et de chènevotte, élément extrait du chanvre dont il désigne la partie rigide de la tige. Ce béton très poreux est capable de réguler l'humidité à l'intérieur d'un bâtiment, par absorption et restitution de celle-ci [5,6]. Quantifier les phénomènes d'adsorption d'eau dans ce matériau est utile

afin notamment d'en prédire correctement le comportement hydrique et de mieux évaluer sa durabilité. L'eau, dont la partie réelle de la permittivité diélectrique relative est de l'ordre de 81 (jusqu'à 10 GHz et à 20°C) vient remplir les porosités, se substituant à l'air dont la permittivité diélectrique est unitaire. De ce fait, mesurer la permittivité diélectrique relative ε_r^* apparait comme un moyen pertinent pour accéder aux caractéristiques hydriques de ces matériaux.

Dans cette étude nous présentons la caractérisation diélectrique d'échantillons de béton de chanvre conditionnés à différentes humidités relatives *HR* de l'air environnant le matériau, de façon à parcourir le cycle isotherme d'adsorption-désorption liant la teneur en eau massique *w* du matériau à *HR* [5]. *w* étant définie comme suit :

$$w(\%) = 100\,\frac{m_{HR}-m_s}{m_s} \qquad (1)$$

Où m_{HR} et m_s représentent respectivement la masse de l'échantillon à une *HR* donnée et sa masse à sec.

Le cycle isotherme d'adsorption–désorption présente deux phases : (i) l'adsorption qui correspond à l'augmentation de *w* sous l'effet d'une augmentation de *HR* ; (ii) la désorption qui correspond à la diminution de *w* sous l'effet d'une diminution de *HR* en partant d'un matériau saturé en eau [5]. Le cycle de ces variations de *w* en fonction de *HR* présente une hystérésis.

Nous avons réalisé le conditionnement hydrique d'un échantillon de béton de chanvre en le plaçant dans des dessiccateurs munis de solutions salines spécifiques garantissaient un certain degré *HR* vérifié par ailleurs au moyen d'un hygromètre. La variation de masse de l'échantillon ainsi conditionné a été suivie quotidiennement jusqu'à ce qu'elle devienne inférieure à 0.1%, condition pour laquelle on peut considérer que l'équilibre est atteint et que la teneur en eau *w* [%] du matériau est bien celle estimée grâce à des courbes de références de isothermes d'adsorption-désorption du matériau [5].

3. Approche expérimentale

Du point de vue expérimental, la spectroscopie diélectrique peut être mise en œuvre soit par des mesures en réflexion et en transmission (mesures de propagation) au moyen de cellules contenant l'échantillon à caractériser [7], soit par des mesures de réflectométrie, reposant sur une sonde ou un capteur opérant en réflexion. Ici nous ne considérons que le premier type d'approche (Cf. Figure 1). Le banc de mesure est composé d'un analyseur de réseau vectoriel, d'un porte échantillon contenant le matériau à caractériser, de deux transitions guides rectangulaire/coaxial WR430 garantissant une propagation monomode des ondes électromagnétiques dans la bande 1.7-2.6 GHz ainsi que deux guides d'onde permettant d'éliminer les éventuelles ondes évanescentes et de se placer en champ lointain. Le tableau 1 précise les conditions de mesure. L'intérêt de cette approche réside dans le fait qu'il existe des méthodes analytiques permettant de calculer ε_r^* à partir des paramètres *S* mesurés (coefficients de réflexion et transmission), comme par exemple la méthode NRW (Nicholson, Ross et Wagner) [8].

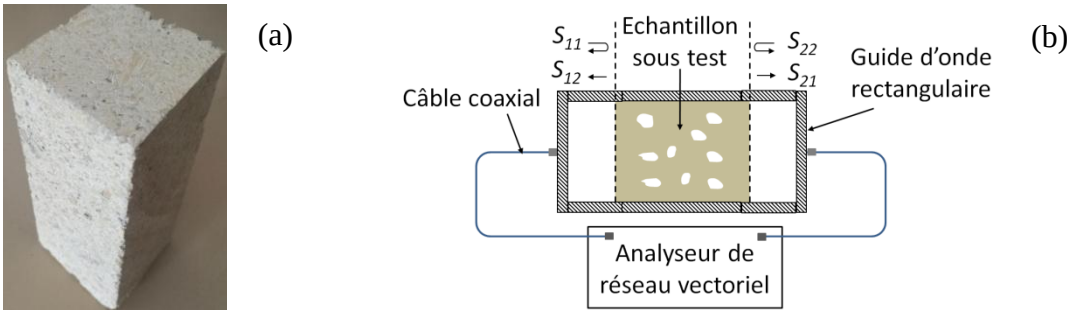


Figure 1. Echantillon de béton de chanvre (109 mm x 54 mm x 50 mm) (a) ; Schéma du banc caractérisation diélectrique en transmission/réflexion (b).

Modèle de l'analyseur	R&S ZVB20 ou ZVB8
Fréquence de coupure basse (GHz)	1.372
Bande de fréquence (GHz)	1.72 – 2.61
Nombre de points de mesure	200
Puissance RF (dBm)	0
Calibrage	Thru – Reflect – Line (TRL)
Epaisseur de l'échantillon (mm)	50
Longueur du porte échantillon (mm)	50

Tableau 1. Caractéristiques du banc expérimental

4. Mesures et interprétation

La figure 2 présente les parties réelle et imaginaire de ε_r^* de l'échantillon de béton de chanvre à différentes *HR*, ainsi que celles d'un matériau de référence, le PTFE. Les parties réelle et imaginaire de la permittivité diélectrique mesurée pour le PTFE, à savoir respectivement $\cong 2$ et $\cong 10^{-3}$ correspondent aux valeurs typiques de ce matériau, ce qui constitue une validation de la méthode de mesure. En adsorption la permittivité moyenne du matériau sous test augmente avec *HR* tandis qu'en désorption elle diminue lorsque *HR* diminue, ce qui correspond au comportement attendu compte-tenu des caractéristiques diélectriques de l'eau. Le tableau 2 indique les permittivités moyennes des différents échantillons sur la bande de mesure. On constate que pour une *HR* donnée, la permittivité diélectrique est différente selon que le point de mesure correspond à la phase d'adsorption ou de désorption : et que la permittivité est plus importante en désorption qu'en adsorption. Cette différence s'explique par le phénomène d'hystérésis dû au changement physique du matériau causé par le départ de l'eau. Ce phénomène est dû principalement à la non uniformité géométrique des pores [9] qui conduit à l'effet dit de bouteille d'encre. De plus, la variation de l'angle de contact entre l'adsorption et désorption peut également contribuer à l'hystérésis.

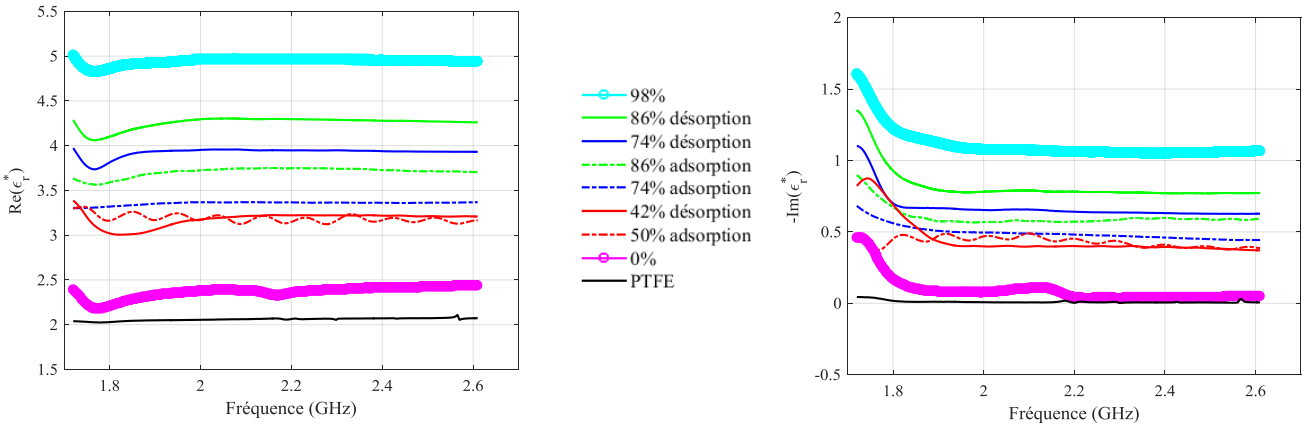


Figure 2. Spectre diélectrique d'échantillons de béton de chanvre à différentes humidités relatives et spectre diélectrique du PTFE.

On peut par ailleurs remarquer des ondulations sur la courbe correspondant à *HR* = 50% en phase d'adsorption. Celles-ci sont très vraisemblablement imputables à un mauvais serrage de la connectique.

La figure 3 présente les cycles d'hystérésis de la permittivité moyenne mesurée en fonction de l'humidité relative et les compare à l'isotherme d'adsorption-désorption obtenu par gravimétrie. La teneur en eau maximale est d'environ 16%. Ceci correspond à une valeur moyenne de $Re(\varepsilon_r) \simeq 5$ et à $Im(\varepsilon_r) \simeq 1$ en moyenne. Dans le cas où le matériau est sec, $Re(\varepsilon_r) \simeq 2.5$ tandis que les pertes dans l'échantillon étant faibles $Im(\varepsilon_r) \simeq 0.1$. Donc les plages de variation de $Re(\varepsilon_r)$ et $Im(\varepsilon_r)$ s'étendent respectivement 2,5 à 5 et de 0,1 à 1.

Les mesures électromagnétiques proposées permettent donc d'observer que les variations de ε_r en fonction de *HR* suivent un cycle d'hystérésis. Elles sont une image du cycle d'hystérésis *w* en fonction de *HR*. En résumé, la méthode de caractérisation diélectrique proposée s'avère d'une part sensible aux variations hydriques du béton de chanvre et d'autre part permet de retrouver le

comportement hystérétique typique de l'isotherme d'adsorption et désorption de ce matériau [5]. Par ailleurs les spectres diélectriques du béton de chanvre aux différentes *HR* mettent en évidence une dépendance de ε_r^* à la fréquence. Cette dispersion implique qu'une étude de sensibilité sera nécessaire lors de la conception de capteurs de contrôle non destructif (CND) qui constituera une prochaine étape de nos travaux : il s'agira de déterminer les fréquences auxquelles les variations des signaux en fonction des propriétés hydriques du matériau sont les plus importantes.

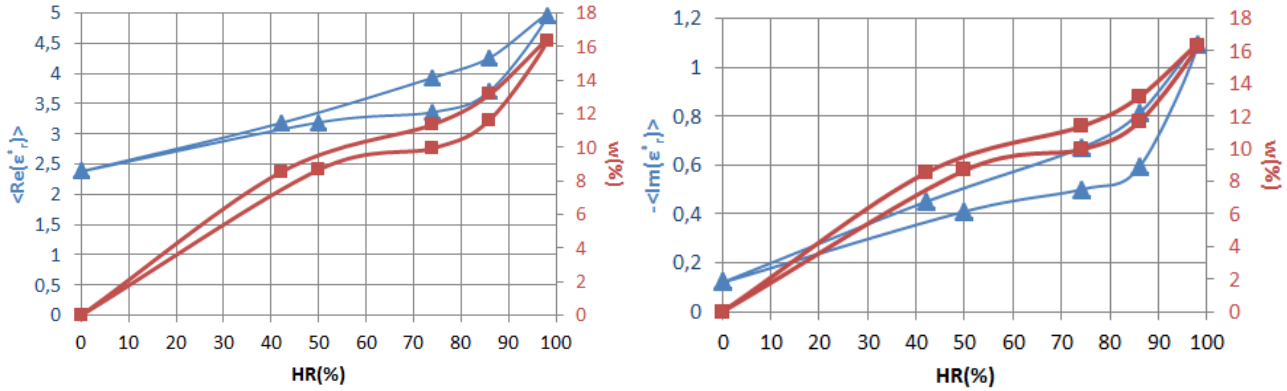


Figure 3. Cycle d'hystérésis de la permittivité moyenne (réelle et imaginaire) et le cycle d'isotherme d'adsorption-désorption

	$< \mathrm{Re}(\varepsilon_r^*) >$	$\Delta_{max}\ \mathrm{Re}(\varepsilon_r^*)$	$< -\mathrm{Im}(\varepsilon_r^*) >$	$\Delta_{max}\ -\mathrm{Im}(\varepsilon_r^*)$
HR 0%	2.38	0.22	0.12	0.42
HR 50% adsorption	3.19	0.11	0.41	0.11
HR 74% adsorption	3.36	0.09	0.50	0.32
HR 85% adsorption	3.71	0.19	0.59	0.32
HR 98%	4.95	0.18	1.09	0.55
HR 85% désorption	4.26	0.22	0.81	0.58
HR 74% désorption	3.93	0.23	0.45	0.72
HR 42% désorption	3.18	0.38	0.12	0.50
PTFE	2.06	0.08	0.01	0.04

Tableau 2. Moyennes et variations des parties réelles et imaginaires de la permittivité des matériaux sous test.

5. Conclusions

Cet article propose une méthode de caractérisation hydrique de bétons de chanvre reposant sur la mesure des paramètres *S* d'une cellule de transmission rectangulaire opérant dans la bande [1,7 - 2,6] GHz et sur un calcul semi-analytique de la permittivité diélectrique des échantillons sous test. Les résultats obtenus sur des échantillons présentant différentes humidités relatives ont permis de constater que la méthode proposée présente une bonne sensibilité vis-à-vis des caractéristiques hydriques de ce matériau hygroscopique, et d'autre part le caractère dispersif de celui-ci du point de vue électromagnétique. Nous avons par ailleurs observé qu'au cycle isotherme d'adsorption désorption du béton de chanvre correspondait un cycle d'hystérésis de la permittivité diélectrique en fonction de l'humidité relative. Ces résultats de caractérisation diélectrique permettent d'envisager le développement de méthodes de contrôle non destructif basées sur des capteurs électromagnétiques hautes fréquences opérant en réflexion en vue de la caractérisation hydrique de matériaux biosourcés.

Références

1. M. J. GONZALEZ, J. G. NAVARRO, « Assessment of the decrease of CO2 emissions in the construction field throught the selection of materials: practical case study of the three houses of low environmental impact », Buildings and Environment, Vol. 41, pp 902-909 (2006).
2. J. M. WRAITH, D. OR, S. B. JONES, « Time domain reflectometry measurement principles and applications », Hydrological Processes, Vol. 16, pp 141-153 (2002).
3. M. FERHAT, E. VOURC'H, F. DAOUT, T. BORE, S.DELEPINE-LESOILLE, C. GATABIN, « Broadband dielectric spectroscopy open ended probe for the characterization of dispersive materials», 11th International Conference on Electromagnetic Wave Interaction with Water and Moist Substance (2016).
4. M. ADOUS, P. QUEFFELEC, L. LAGUERRE, « Coaxial/cylindrical transition line for broadband permittivity measurement of civil engineering materials », Measurement Science and Technology, Vol. 17, pp 2241-2246 (2006).
5. F. BENNAI, N. ISSAADI, K. ABAHRI, R. BELARBI, A. TAHAKOURT, « Experimental characterization of thermal and hygric properties of hemp concrete with consideration of the material age evolution », Heat Mass Transfer, Vol. 54, pp 1189-1197 (2018).
6. M. RAHIM, O. DOUZANE, A. TRAN LE, G. PROMIS, B. LAIDOUDI, A. CRIGNY, B. DUPRE, T. LANGLET, «Characterization of flax lime and hemp lime concretes: Hygric properties and moisture buffer capacity», Energy and Buildings, Vol. 88, pp 91-99 (2015).
7. D. MICHELI, R. PASTORE, A.VRICELLI, R. B. MORLES, M. MARCHETTI, A. DELFINI, F. MOGLIE, V. MARIANI PRIMIANI « Electromagnetic characterization and shielding effectiveness of concrete composite reinforced with carbon nanotube in the mobile phones frequency band», Material Science and Engineering B, Vol.188, pp 119-129 (2014).
8. A. M. NICOLSON, G. F. ROSS, « Measurement of the intrinsic properties of materials by time-domain », IEEE transactions on Instrumentation and Measurement, Vol. 19, No. 4, pp 377-382 (1970).
9. M. D. DONOHUE, G. L. ARANOVITCH, « Adsorption hysteresis in porous solids », Journal of Colloid and Interface Science, Vol. 205, No. 4, pp 121-130 (1998).

Identification de fonctions de transfert dans une charge brasée sous vide à partir de modèles ARX

Célien ZACHARIE[(1,2)], Vincent SCHICK[(1)], Benjamin REMY[(1)], Gaëtan BERGIN[(2)], Thierry MAZET[(2)] , Renaud EGAL[(2)]

(1) LEMTA, Université de Lorraine
2 avenue de la Forêt de Haye – 54504 Vandœuvre-Lès-Nancy
(2) Fives Cryo
25 bis rue du Fort – 88190 Golbey
Auteur correspondant : *celien.zacharie@univ-lorraine.fr*

1. Introduction

Dans un contexte industriel de fabrication d'échangeurs en aluminium à plaques et ondes brasées, il est aujourd'hui difficile de discriminer les assemblages sains des défectueux après l'opération de brasage, réalisée dans un four électrique sous vide (Cf. Figure 1.) Cette étape du procédé de fabrication repose sur la chauffe de la charge (échangeur) jusqu'au point de fusion de la brasure, permettant ainsi à l'empilement initial de ne former *in fine* qu'un bloc massif. À partir de mesures par thermocouples localisées en certains points de l'échangeur, uniquement en surface et en son centre, une série de panneaux radiants pilotés via une centrale de régulation assurent la chauffe pour emmener la charge vers la température de brasage en assurant son homogénéité thermique, cette dernière étant caractérisée par un écart de température entre l'extérieur et le centre de la pièce qu'il faut surveiller.

Cependant les données de températures et de puissances issues de ce dispositif ne permettent pas de détecter la présence de défauts ou d'anomalies de brasage dans l'échangeur (dus à l'apparition de points chauds par exemple). Une description plus fine du comportement du four industriel et de sa charge est donc souhaitée.

Pour répondre à cette problématique, on cherche à identifier les fonctions de transfert du four de brasage sous vide et de la charge via des modèles paramétriques de type ARX (structure autorégressive).

Figure 1. Photo de l'un des deux fours sur site et d'un échangeur avant enfournement

La présente étude se concentrera sur l'utilisation de fonctions de transfert internes à la charge. Tout d'abord, en s'appuyant sur une modélisation 2D d'un passage d'échangeur sous FlexPDE® (éléments finis), les fonctions de transfert estimées entre la surface et le centre géométrique et issues d'un cas de référence (sans anomalie) seront confrontées à d'autres cas (avec anomalie) susceptibles d'être rencontrés sur le procédé réel. Ces simulations doivent permettre de s'assurer que les modèles paramétriques utilisés reconstruisent bien les réponses attendues au centre géométrique, et de relever les sensibilités de ces modèles aux défauts simulés dans les cas tests.

En fonction des observations précédentes, la suite de l'étude sera consacrée aux estimations de modèles paramétriques sur une série de six échangeurs identiques, à partir des données issues du système réel. Le premier sera choisi comme référence pour l'estimation des fonctions de transfert et les cinq autres seront comparés à ce dernier. On tentera alors de classer les échangeurs en fonction des différentes répartitions observées.

Au préalable nous donnerons plus d'éléments permettant de positionner le problème dans son contexte industriel ainsi qu'une brève présentation des modèles autorégressifs ARX.

2. Description globale du système étudié et présentation des modèles paramétriques autorégressifs de type « ARX »

a. Système réel étudié

L'objectif global de ce travail de recherche (en collaboration avec Fives Cryo) est de pouvoir proposer une nouvelle méthode d'analyse prédictive du comportement du four électrique de brasage sous vide face à des géométries d'échangeurs variables via l'association de fonctions de transfert identifiées sur le système réel {four + charge}.

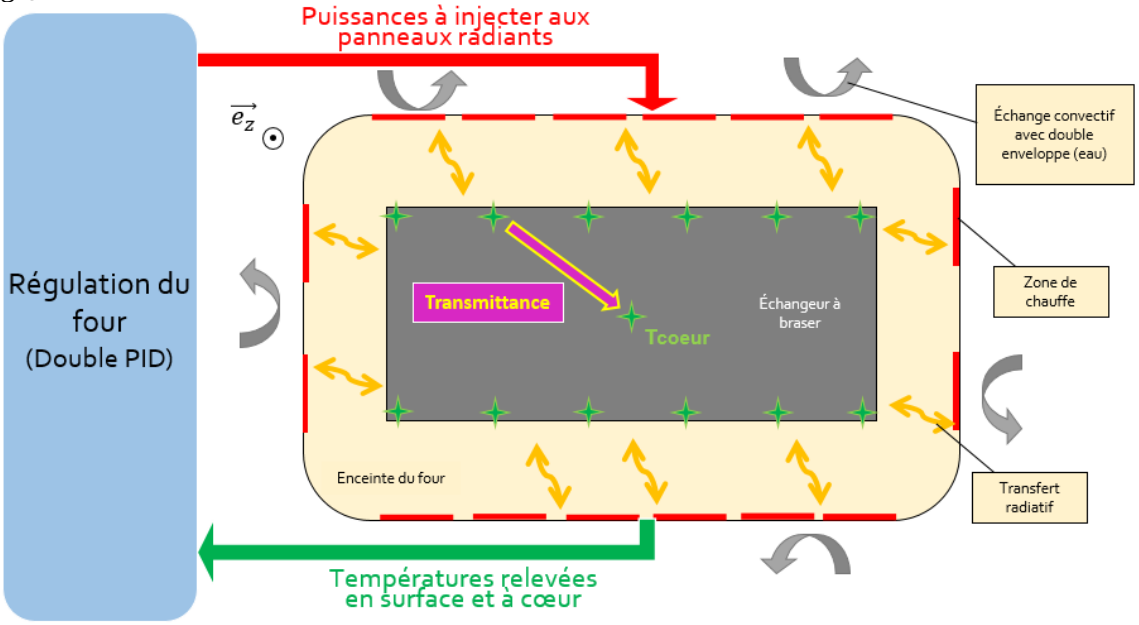


Figure 2. Représentation schématique en coupe horizontale du système {four + charge}. En rouge, les panneaux radiants. En vert les capteurs de température. Un exemple de fonction de transfert : la transmittance entre deux points à l'intérieur de l'échangeur.

Les modes de transfert de chaleur en jeu sont radiatifs (transmission de la chaleur entre les panneaux radiants du four et l'échangeur en aluminium et d'autres éléments annexes compris dans l'enceinte), conductifs (au sein même de la charge), et convectifs si l'on s'intéresse à l'enceinte du four qui est une double-enveloppe où circule de l'eau (source froide pour la régulation). Dans l'enceinte, 88 panneaux échangent de la chaleur par rayonnement avec la charge qui est équipée selon sa géométrie de quelques dizaines de thermocouples en surface (peau d'échangeur) et de deux thermocouples à cœur au minimum en cas de dysfonctionnement de l'un d'eux. En associant stratégiquement les capteurs en peau avec les panneaux, c'est-à-dire en les mettant le plus possible en regard, on surveille et contrôle le gradient de température dans la charge au cours du cycle de sorte que la chauffe soit la plus homogène possible. Sur la série d'échangeurs étudiés dans cette étude, 36 capteurs de surface ont été utilisés. Sur le schéma de la Figure 2., on a représenté dans le plan (x, y) un échangeur dans l'enceinte du four ainsi que son instrumentation et la stratégie de régulation associée. Comme il s'agit d'une vue en coupe, seuls 16 panneaux sur les 88 ont été représentés, et il en va de même pour les 12 thermocouples de peau sur les 36.

Les principaux enjeux de ces travaux consistent à développer une méthodologie qui permettra pour le moins d'expliquer *a posteriori* l'apparition de défauts ou d'anomalies pendant un cycle écoulé, et idéalement de les détecter *in situ* pendant le déroulement du procédé. Dans cette optique, l'approche choisie consiste à identifier les fonctions de transferts évoquées via des modèles paramétriques autorégressifs ARX.

b. Modèles paramétriques de type ARX

Une fonction de transfert, que l'on peut considérer comme la carte d'identité du système étudié, relie au moins deux grandeurs entre elles. À partir d'un modèle paramétrique de type ARX (AutoRegressive with eXternal inputs), il est possible d'estimer cet opérateur qui relie la réponse y à son excitation thermique u.

Les modèles autorégressifs peuvent être considérés comme des généralisations des bilans enthalpiques et convolutifs, dans le domaine de la thermique du moins.

Les modèles de type ARX sont à variable exogène. Ils ont été largement étudiés par Ljung [1] et revêtent la forme mathématique suivante dans le cas d'un modèle à une seule entrée u et une seule sortie y :

$$y(t_i) = -\sum_{j=1}^{n_a} a_j y(t_i - j\Delta t) + \sum_{j=1}^{n_b} b_j u(t_i - j\Delta t - n_k \Delta t) + \epsilon(t_i)$$

Δt désignant le pas de discrétisation du modèle.

Les perturbations ϵ sont souvent modélisées comme des variables aléatoires pour simuler du bruit, mais dans cet article, on gardera ce terme nul du fait du faible niveau de bruit observé sur les mesures de thermocouples. Seules les entrées u modélisant les effets extérieurs déterminent la sortie. Le problème inverse associé consiste à estimer les coefficients a_i et b_i.

L'identification du système via un modèle paramétrique se fait en deux temps :

- Une première étape de *calibration* est nécessaire pour estimer les coefficients a_i et b_i.
- Ensuite, le modèle ARX caractérisé par le triplet (n_a, n_b, n_k) correspondant est validé avec un autre jeu de données entrée/sortie. C'est la *validation*. Cette seconde étape est cruciale pour valider le modèle estimé qui doit être absolument indépendant des conditions aux limites.

L'article de Zacharie [2] donne davantage d'informations sur l'identification de ce type de modèles autorégressifs.

3. Obtention de signatures thermiques d'anomalies via un modèle 2D d'une coupe horizontale d'un échangeur

De manière générale, nous avons cherché à identifier des fonctions de transfert mono-entrée – mono-sortie T_{peau} - T_{coeur} (transmittances « peau-cœur »), T_{peau} pouvant désigner l'un des thermocouples de surface. Dans cette partie, le pas d'échantillonnage des jeux de données est de 100 s.

Les résultats concernant l'identification des modèles peuvent être donnés sous forme de courbe de comparaison (Unités Arbitraires ($U.A$)), de résidus (différence entre la courbe simulée et celle donnée par le modèle ARX), ou sous forme d'erreur quadratique moyenne (e_{RMS}), dont la définition est rappelée ci-dessous. Ici, on a décalé les entrées et sorties des valeurs initiales pour que celles-ci soient conformes à la forme du modèle (pour $u(t) = 0$, on a $y(t) = 0$).

$$e_{RMS} = \left\| \boldsymbol{T}_{coeur\ référence} - \boldsymbol{y(t)} \right\| = \sqrt{\frac{1}{N}\sum_{j=1}^{N}\left(T_{coeur}(t_j) - y(t_j)\right)^2}$$

N étant le nombre de données et y la sortie du modèle.

a. Présentation du modèle et identification des fonctions de transfert T_{peau} - T_{coeur}

Le modèle 2D réalisé sous FlexPDE® permet l'obtention de profils temporels de températures T_{peau} et T_{coeur} par résolution directe. Ces jeux de données doivent être ensuite utilisés pour tester la sensibilité des fonctions de transfert estimées sur un cas « idéal » à un catalogue de défauts et anomalies susceptibles d'être rencontrés dans la réalité. Le modèle en question, dont la géométrie et les différentes propriétés sont exposées en Figure 3., représente une coupe horizontale d'un échangeur en aluminium. Les conditions aux limites comprennent un terme simulant l'apport de flux thermique des panneaux radiants ainsi qu'un terme de pertes correspondant au refroidissement de l'enceinte du four.

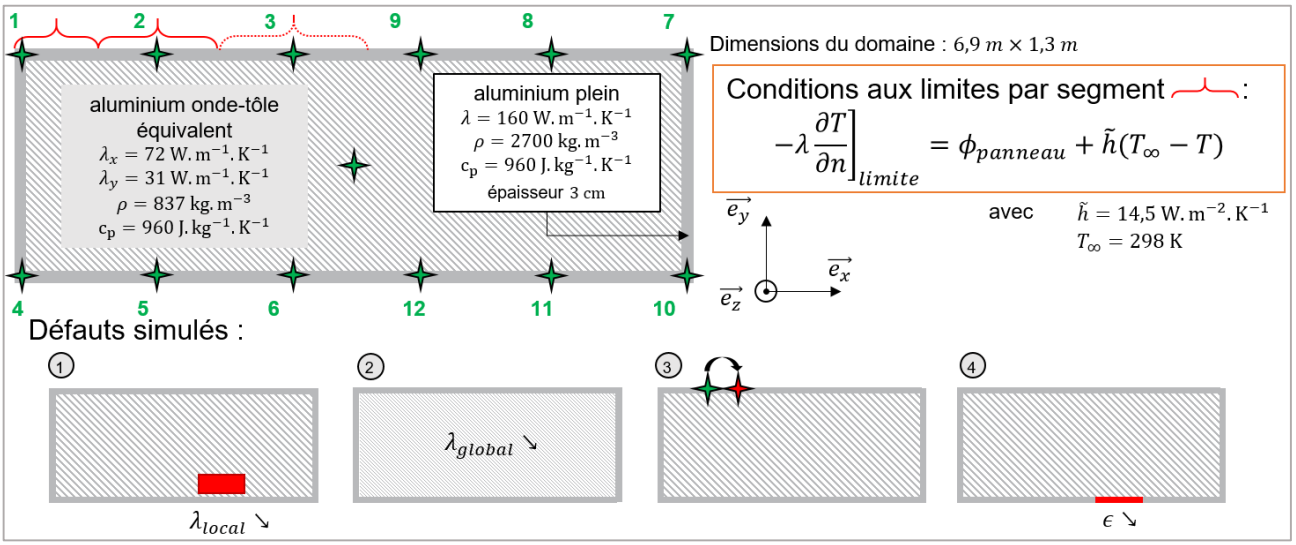


Figure 3. Schéma et caractéristiques du modèle 2D. Schémas des 4 cas défectueux.

Le premier enjeu de ce modèle est tout d'abord de vérifier que les modèles paramétriques de type ARX sont adaptés aux fonctions de transfert étudiées. À titre d'exemple, prenons le thermocouple n°2 : les signaux de calibration et validation issus de la simulation directe de référence sous FlexPDE sont respectivement issus d'une excitation du modèle avec un flux $\phi_{panneau}$ de forme créneau et un flux de forme plus complexe. On regarde d'abord si des modèles ARX peuvent être estimés convenablement (Figure 4.1.), c'est-à-dire s'ils peuvent reconstituer correctement la réponse $T_{coeur\ référence}$ du modèle numérique direct. Le modèle optimal est celui qui minimise le critère RMS sur les résidus : $(5,5,0)$ ici dans ceux estimés. Ce modèle est ensuite validé en comparant sa sortie obtenue via le flux complexe de validation à celle de la simulation directe (Figure 4.2.). En outre, cette première étape a permis d'obtenir les modèles ARX d'ordre 5 qui pourront être testés sur les cas plus pathologiques présentés dans la suite.

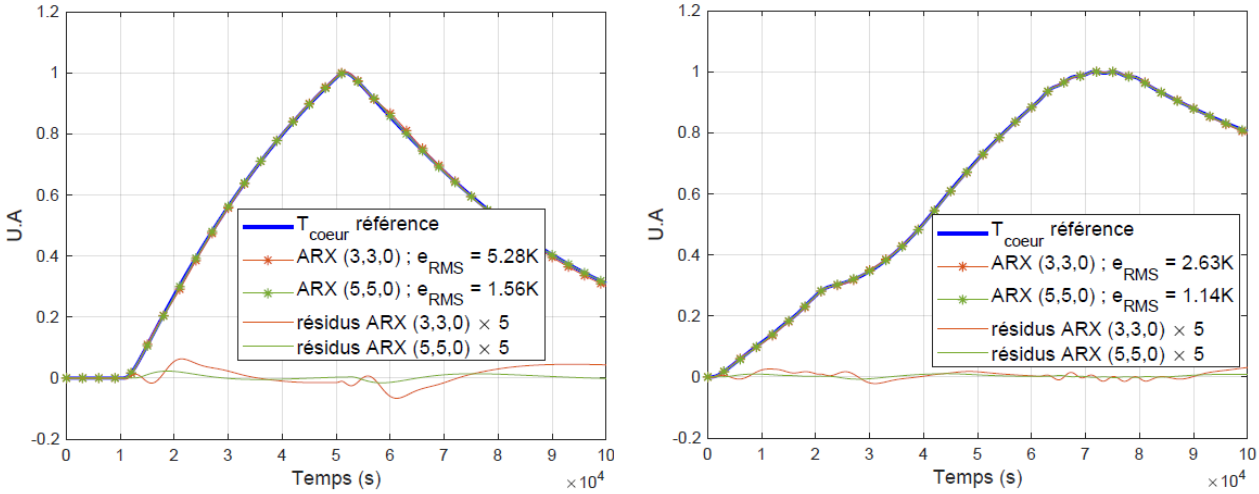


Figure 4. Calibration (à gauche) et validation (à droite) de deux modèles ARX pour la transmittance T_{peau} - T_{coeur} (thermocouple n°2)

b. Sensibilité des modèles paramétriques estimés à des défauts et anomalies « types »

Les quatre défauts (non exhaustifs) qui ont été simulés sous FlexPDE sont les suivants (voir schéma Figure 3. pour illustration) :

1. Diminution de la conductivité de $2\ W.m^{-1}.K^{-1}$ selon x et y dans une portion de $1m \times 0{,}33\ m$ à proximité du thermocouple de peau n° 12 (en périphérie d'échangeur). Ce choix permet de simuler localement une résistance thermique plus importante dans le passage d'échangeur modélisé.
2. Diminution de la conductivité de $2\ W.m^{-1}.K^{-1}$ dans tout le domaine onde-tôle selon x et y. C'est une généralisation du défaut précédent à l'ensemble du domaine.
3. Déplacement du thermocouple n°2 de $+8{,}5\ cm$ dans la direction x. Lors de l'instrumentation des échangeurs, l'emplacement des thermocouples peut varier de quelques cm par rapport à la consigne.
4. Diminution de l'émissivité de paroi de 2% au niveau du panneau correspondant au thermocouple de surface n°12. Dans les simulations, cela se traduit par une diminution de 2% de la puissance thermique apportée au niveau de la région concernée.

Les modèles estimés dans la partie précédente doivent être testés en comparant leurs réponses à celles des simulations directes pour les 4 cas évoqués ci-dessus (excitation créneau pour les panneaux). Comme il y a 12 thermocouples de surface dans le modèle numérique, 12 fonctions de transfert de référence ont été estimées. Pour chaque cas présentant une anomalie, on a calculé l'amplification de l'erreur quadratique moyenne que fait le modèle par rapport au cas idéal dont l'$e_{RMS\ moyen}$ est de $1.17\ K$. Sur chaque graphe de la Figure 5, chaque signe « + » correspond à un thermocouple et son ordonnée représente ainsi l'erreur induite par le défaut simulé sur sa fonction de transfert T_{peau} - T_{coeur} associée. Les moyennes μ et écarts-types σ des échantillons respectivement représentés par des segments rouges et bleus sont tracés après un premier filtrage des points « + » rouges placés en dehors de l'intervalle $[\mu_0 - \sigma_0\ ;\ \mu_0 + \sigma_0]$ de l'échantillon initial.

Commentaires sur les différentes répartitions observées en Figure 5. pour chaque cas :

1. Le défaut local affecte peu les fonctions de transfert éloignées de celui-ci : seul le modèle reliant $T_{peau\ n°12}$ et T_{coeur} reconstitue moins bien la sortie attendue, ce qui se traduit par une amplification de l'e_{RMS}.
2. Une légère modification globale de la conductivité dans le domaine amplifie nettement l'erreur e_{RMS} à tel point que les modèles ne peuvent pas être considérés comme validés dans ce cas

($e_{RMS\,2} = 4{,}8\ K$ en moyenne.) L'amplification de l'erreur quadratique moyenne est donc globale, comme l'on pouvait s'y attendre en simulant un défaut dans tout le domaine.

3. Dans le cas n°3, la seule fonction de transfert mise en défaut est celle dont l'emplacement du thermocouple de peau associé a été déplacé, à savoir le n°2. Ce cas ne peut cependant pas être rencontré dans la réalité car les mesures de températures en peau d'échangeur sont utilisées dans la régulation du four pour élaborer les consignes de puissances des panneaux. La régulation « s'adapte » donc au placement du thermocouple. Pour obtenir la signature d'un réel défaut de placement de capteur, il faudrait pouvoir rendre la mesure de température « active » sur la régulation. Les autres fonctions de transfert ne sont pas affectées.
4. Dans le dernier cas, on note une certaine sensibilité des modèles associés aux thermocouples de coin n°1, 4, 7 et 10. La diminution de 2% du flux thermique sur la région en regard avec le thermocouple n°12 rompt la symétrie du problème, ce à quoi les modèles ARX sont sensibles puisqu'ils ont été calibrés avec des conditions aux limites respectant des symétries axiales. En outre, le modèle associé au thermocouple n°12 est logiquement le principal affecté par cette baisse d'émissivité de surface simulée. Globalement, les 12 modèles ARX sont sensibles à cette anomalie.

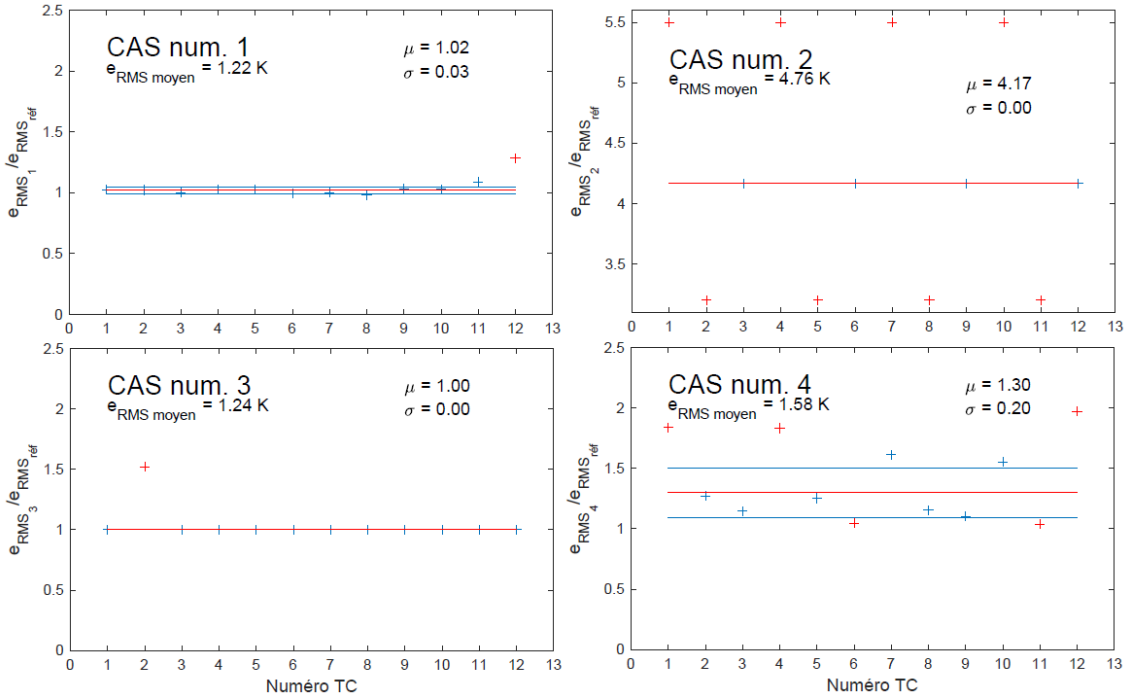


Figure 5. Amplification de l'e_{RMS} pour les 4 cas présentant un défaut. On a $\boldsymbol{e_{RMS\,moy\,réf} = 1{,}17\ K}$. Par souci de lisibilité, l'échelle en ordonnée est la même pour les 4 graphes.

Ainsi, l'outil ARX proposé est sensible aux différents défauts structurels et métrologiques simulés.

4. Application aux données expérimentales

On souhaite enfin comparer quelques cycles d'échangeurs issus d'une même série. Un échangeur est choisi pour calibrer les modèles ARX d'ordre (5,5,0) et ces derniers sont testés avec les jeux de données des autres échangeurs. On peut alors proposer des résultats sous forme d'amplification d'erreur quadratique moyenne pour les 36 fonctions de transfert T_{peau} - T_{coeur} estimées. Ici, le pas d'échantillonnage des jeux de données expérimentales est de 60 s.

Précisons que les e_{RMS} expérimentales ne sont pas du même ordre de grandeur que les e_{RMS} numériques de la partie précédente. En effet, les taux d'amplification sont éloignés d'un facteur 5 ($e_{RMS\,moy\,réf} = 1{,}2\ K$ pour la partie 3 et $e_{RMS\,moy\,réf} = 5{,}4\ K$ pour l'échangeur réel référant.) Dans cette étude, on ne pourra donc pas faire de lien entre les défauts simulés et les défauts constatés sur les cycles réels.

Dans les graphes de la Figure 6., deux filtrages ont été appliqués, le premier consistant à exclure les thermocouples dysfonctionnant (mise à zéro de l'ordonnée des « + » rouges), le second étant le même que pour la partie 3.

Quatre échangeurs ont été sélectionnés parmi les cinq (cas n°6 non représenté) testés pour mener l'analyse. Le cas n°1 a permis l'identification des modèles ARX. Les échangeurs 2 et 3 sont les plus proches du cas de référence (moyenne μ des taux d'amplification les plus faibles) malgré une dispersion plus importante pour le cas

n°3, peut-être due aux 6 thermocouples défectueux qui privent la régulation des informations thermiques de leur région associée. D'après l'observable développée, les cycles des échangeurs 4 et 5 sont globalement plus éloignés de l'échangeur de référence ($\mu \geq 1{,}45$). L'écart type est sensiblement plus important sur l'échangeur n°4, qui est finalement l'échangeur dont le cycle a le plus divergé de celui du cas n°1. Les thermocouples dont le taux d'amplification est voisin de 2 (n°23, 24 et 25) sont d'ailleurs localisés dans la zone supposée responsable du rebus de l'appareil n°4, avec des effets sur la répartition du champ de température qui engendrent une dispersion sur la réponse des modèles comparable à celle du cas numérique n°4.

Ainsi, via les modèles ARX, les fonctions de transfert T_{peau} - T_{coeur} identifiées sur un cas de référence sont également sensibles aux données expérimentales et l'observable $e_{RMS}/e_{RMSréf}$ permet de classer les échangeurs d'une même série par rapport à une référence que l'on se donne.

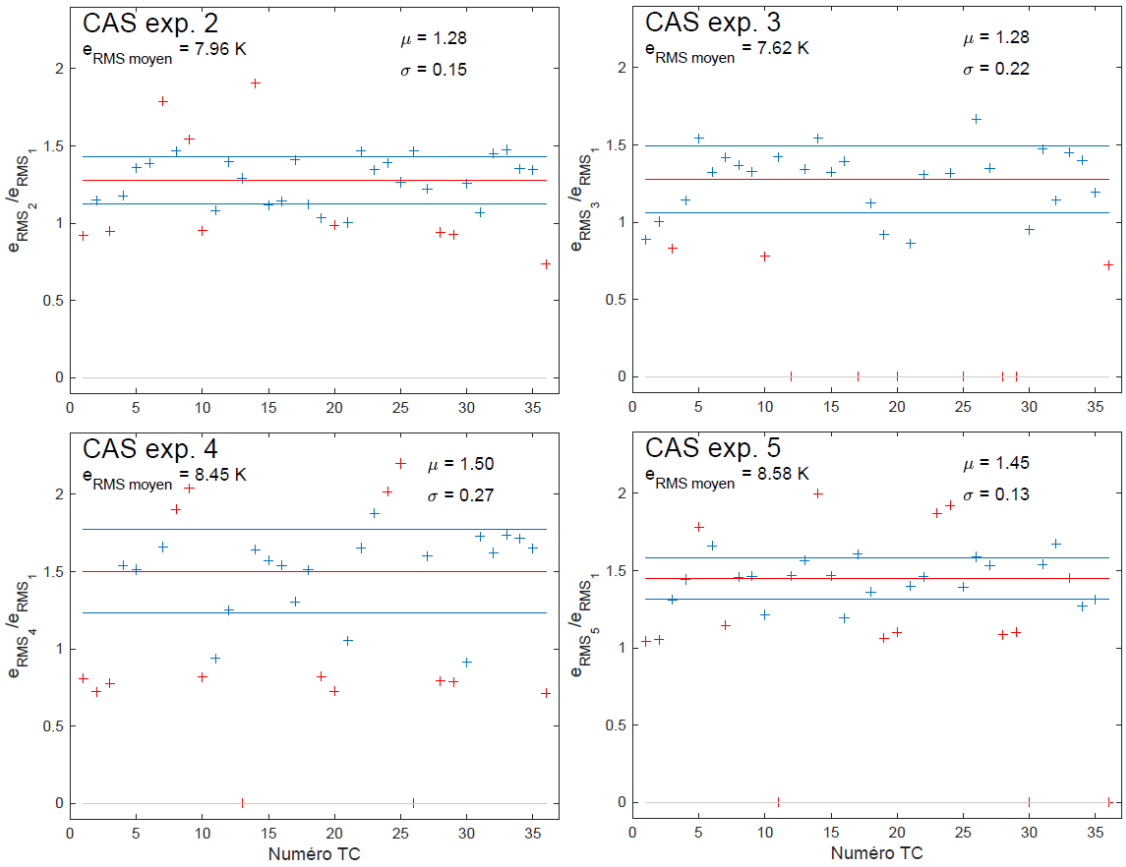


Figure 6. Amplification de l'e_{RMS} pour 4 échangeurs issus d'une même série par rapport à un échangeur choisi comme référence. On a $\boldsymbol{e_{RMS\ moy\ réf} = 5{,}38\ K}$ pour l'échangeur de référence en ayant retiré les capteurs les moins bien calibrés.

5. Conclusion

Les modèles ARX peuvent représenter le transfert thermique entre la surface de l'échangeur et son centre géométrique. À partir du modèle numérique, la sensibilité de cet outil à différents types de défauts a été mise en évidence. À partir de fonctions de transfert T_{peau} - T_{coeur} expérimentales, l'observable $e_{RMS}/e_{RMSréf}$ a permis de comparer différents cycles de brasage à un cycle de référence. Pour approfondir l'analyse, la méthodologie d'identification de modèles devra pouvoir prendre en compte les effets de régulation de puissance des panneaux : les corrélations entre flux et températures, bien que plus complexes à établir, sont susceptibles de donner davantage d'informations sur l'apparition de défauts éventuels.

6. Références

1. L. LJUNG, « System Identification : theory for the user », Prentice-Hall information and system sciences series, (1987).
2. C. ZACHARIE, V. SCHICK, B. REMY, G. BERGIN, R. EGAL, T. MAZET, « Identification de fonctions de transfert pour un four de brasage sous vide et sa charge », Congrès SFT 2018, pp 536-543 (2018)

Ce travail bénéficie du support financier de l'entreprise FIVES CRYO dans le cadre d'une collaboration CIFRE avec le LEMTA.

Adaptation et modification d'un pilote instrumenté semi-industriel combinant chauffage micro-ondes et centrifugation pour extraire des végétaux.

ANGOY Alice[a,b,c,d], SOMMIER Alain[b], VALAT Marc[b], GINISTY Pascal[a], GOUPY Pascale[c], CARIS-VEYRAT Catherine[c], CHEMAT Farid[d]

[a] *IFTS, 3 Rue Marcel Pagnol, 47510 Foulayronnes, France*
[b] *I2M (CNRS UMR 5295), Université de Bordeaux et Arts et Métiers ParisTech, 33400 Talence, France*
[c] *INRA, Université d'Avignon, UMR408, Sécurité et Qualité des Produits d'Origine Végétale, F-84914 Avignon, France*
[d] *Université d'Avignon et des Pays de Vaucluse, INRA, UMR408, GREEN Extraction Team, F-84000 Avignon, France.*

Alice.angoy@ifts-sls.com

Abstract

A semi-industrial instrumented pilot was adapted and modified to carry out plant extraction. It combines microwave heating and centrifuge filtering: these two effects mechanical and thermal seem to be advantages in intensifying extraction from plant for molecules of interest without addition of any solvent or water.
In order to control this process, several sensors are implanted in the pilot to monitor various parameters relating to this new application. The main objective is to optimize the coupling of two effects to intensify extraction and to show that this combination can be more efficient than a simple microwave-assisted extraction already used in laboratories.

Introduction :

Dans de nombreux procédés industriels, la séparation liquide/solide est réalisée par une combinaison de procédés mécaniques et thermiques qui se traduisent par une faible teneur en eau résiduelle (ou solvant) dans le produit. Le couplage des effets mécaniques et thermiques offre de nombreux d'avantages : investissement réduit, productivité améliorée, encombrement limité et utilisation optimisée de l'énergie. Lors de son travail de thèse, Xabier Apaolaza[2] a développé un pilote (figure 1) associant centrifugation et chauffage micro-ondes et a implanté les capteurs nécessaires au suivi des expériences. L'objectif principal de cette étude est de modifier et d'adapter ce pilote développé pour du séchage à une application d'extraction. Cette dernière s'effectuera sans ajout de solvant ni d'eau pour extraire des molécules d'intérêt provenant de matrices végétales[3]. Les extraits obtenus pourraient servir à plusieurs industries comme la pharmaceutique, la cosmétique, l'agroalimentaire et de la parfumerie. L'application de ce couplage mécanique / thermique au domaine de l'éco-extraction semble être une véritable innovation, et pourrait permettre l'intensification de l'extraction de produits à haute valeur ajoutée avec des rendements élevés.
Afin d'évaluer l'efficacité d'extraction de ce nouveau dispositif, des mesures du rendement d'extrait et de la consommation énergique sont effectués. Pour cela, des matrices végétales ont été choisies comme la salade et les écorces d'oranges contenant, respectivement, des polyphénols et des huiles essentielles potentiellement valorisables pour les différentes industries. L'extraction par le pilote instrumenté est comparée à une méthode de référence permettant de recueillir le maximum de composés phénoliques (extraction par solvant) analysés par chromatographie liquide à haute performance, ou huile essentielle (hydrodistillation) analysée par chromatographie en phase gazeuse.

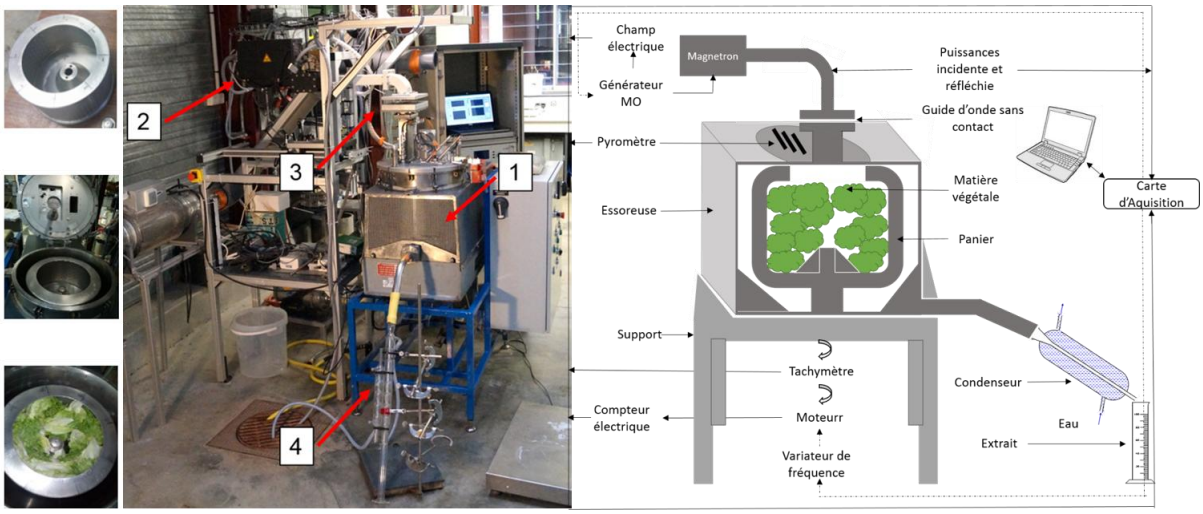


Figure 1 : Pilote instrumenté Essoreuse/Micro-ondes – Photos et Schéma de fonctionnement

2. Instrumentation mise en place

2.1. Mesures de la puissance micro-ondes et de la vitesse de rotation

Au cours d'une extraction avec le pilote instrumenté, plusieurs paramètres sont mesurés pour que la manipulation se déroule dans des conditions optimales. La première étape est la mesure de la vitesse de rotation *via* un tachymètre pendant la durée totale de l'extraction. Une fois le panier du pilote en rotation, les micro-ondes peuvent être actionnées. Il est alors primordial de connaître l'énergie apportée par les micro-ondes à la matrice végétale. Pour ce faire, la puissance incidente et la puissance réfléchie par le générateur micro-ondes sont mesurées (Figure 2) et suivies au cours du temps grâce à l'ordinateur de pilotage. La puissance réfléchie est ajustée pendant l'extraction grâce à un système d'impédance trois vis ; elle doit être inférieure à 20% de la puissance incidente pour que l'opération ait lieu en toute sécurité. En effet, au cours de l'extraction, le système s'appauvrit en eau, avec en conséquence une augmentation de la puissance réfléchie. Il est donc essentiel de surveiller et de réguler attentivement ce paramètre.

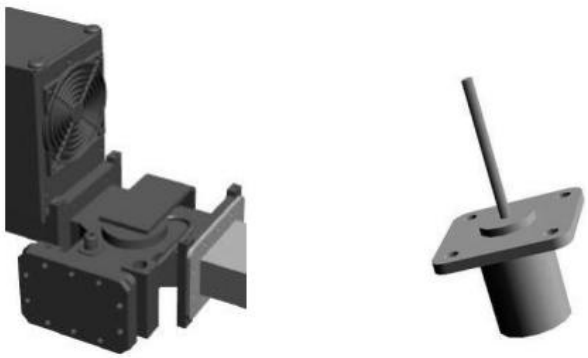


Figure 2 : Position de l'antenne de mesure de la puissance réfléchie – Antenne[2]

2.2. Contrôle des températures

La température de surface de la matrice végétale (pyromètre IR) et la température des parois à l'intérieur du système (thermo boutons) est mesurée (Figure 3). La température de l'air à l'intérieur du panier peut également être enregistrée afin de calculer l'énergie absorbée par la matrice végétale.

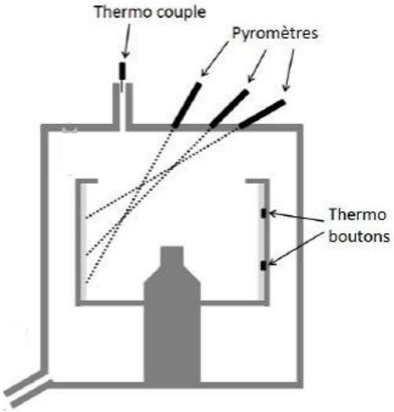


Figure 3 : Schéma d'implantation des différents capteurs de température utilisés[2]

2.3. Evolution de la consommation énergétique

Un des objectifs du projet étant de montrer l'intérêt du couplage essorage/chauffage par micro-ondes, du point de vue énergétique, deux compteurs électriques permettant de mesurer la consommation électrique de l'essoreuse et du générateur micro-ondes ont été implantés.

2.4. Autres paramètres suivis

Un bilan de masse au cours du temps peut être établi en mesurant d'une part le débit d'une suspension entrant (comme de l'eau par exemple) par un débitmètre massique et, d'autre part, la masse d'extrait sortant grâce à un système de pesage.
Par ailleurs, il est possible d'injecter de l'air à paramètres contrôlés (température, humidité et débit) grâce à un dispositif pour améliorer la répétabilité des extractions. Un système avec un échangeur de chaleur (VMC double flux) a été mis en place afin de préchauffer l'air entrant dans l'essoreuse. L'ensemble de l'instrumentation est complété par des mesures de vitesse, température et humidité de l'air en entrée et sortie de la centrifugeuse.
L'ensemble des données est collecté *via* une centrale d'acquisition compacte DAQ National Instrument (Figure 4) et un programme de supervision réalisé sous LabVIEW qui permet leur enregistrement. L'objectif de l'enregistrement de ces paramètres est de maîtriser et de modéliser le procédé d'extraction pour pouvoir obtenir des extraits de qualité et de composition connues et répétables (*e.g.* volume extraits, composition, phénomènes de dégradation possibles mieux contrôlés).

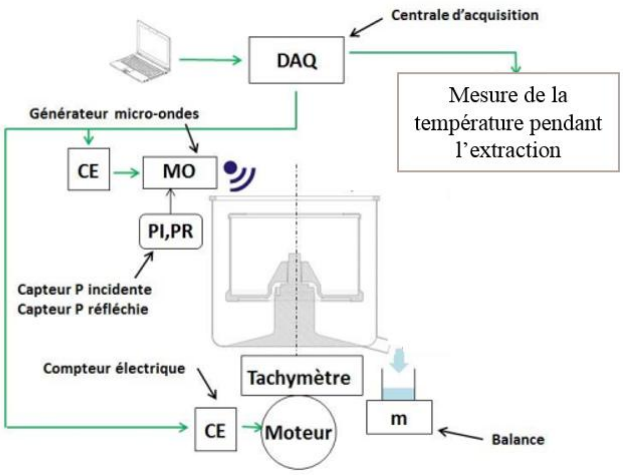


Figure 4 : Implantation générale des capteurs et des actionneurs[2]

3. Résultats et discussions

Dans les premières extractions réalisées sur le pilote instrumenté avec la salade, l'influence positive de la vitesse de rotation a été établie : le rendement du volume d'extrait est plus élevé pour l'extraction à haute vitesse de rotation (2600 g) qu'à faible vitesse de rotation (30 g) avec, respectivement 92% et 73% du liquide possible d'extraire de la matrice végétale. La concentration en composés phénoliques est également plus élevée (24 mg équivalent (EQ) acide caféoylquinique (ACQ) pour 100g de matrice fraîche (MF) contre 4 mg EQ ACQ / 100 g MF). Les composés phénoliques totaux des procédés micro-ondes sont plus faibles que celles obtenues par la méthode de références (Figure 5). Cela peut s'expliquer par le fait que pour l'extraction avec le pilote, il n'y a pas l'utilisation de solvant.

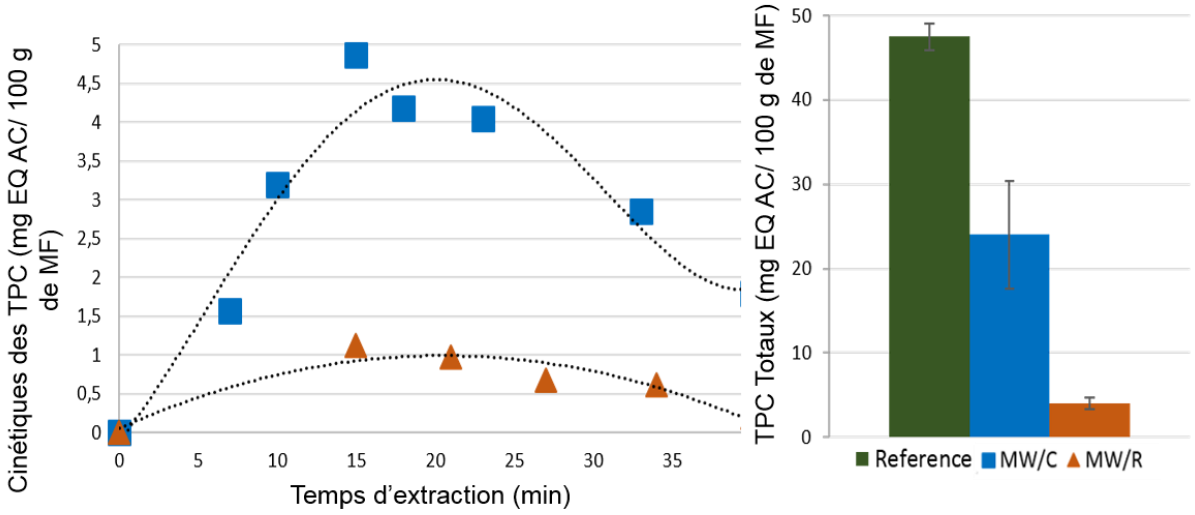


Figure 5 : Quantités des composés phénoliques totaux obtenues selon la technique d'extraction (Microwave/centrifuge (vitesse de rotation : 2600g) et MW/R Microwave/Rotation (Vitesse de rotation : 30g))

Enfin, pour un même temps d'extraction, l'extraction MW/C permet de récupérer davantage de composés phénoliques dans l'extrait. En conséquence, il génère moins de déchets que le MW/R et sa consommation énergétique en kWh/kg de TPC extrait est bien inférieure à celle du MW/R (Figure 6). De plus, la combinaison d'une vitesse de rotation élevée et du chauffage diélectrique lors de l'extraction de la laitue permet de réduire l'impact sur l'environnement, de récupérer les composés phénoliques sans utiliser de solvant ou d'eau extérieure, et de réduire de manière significative l'énergie consommée.

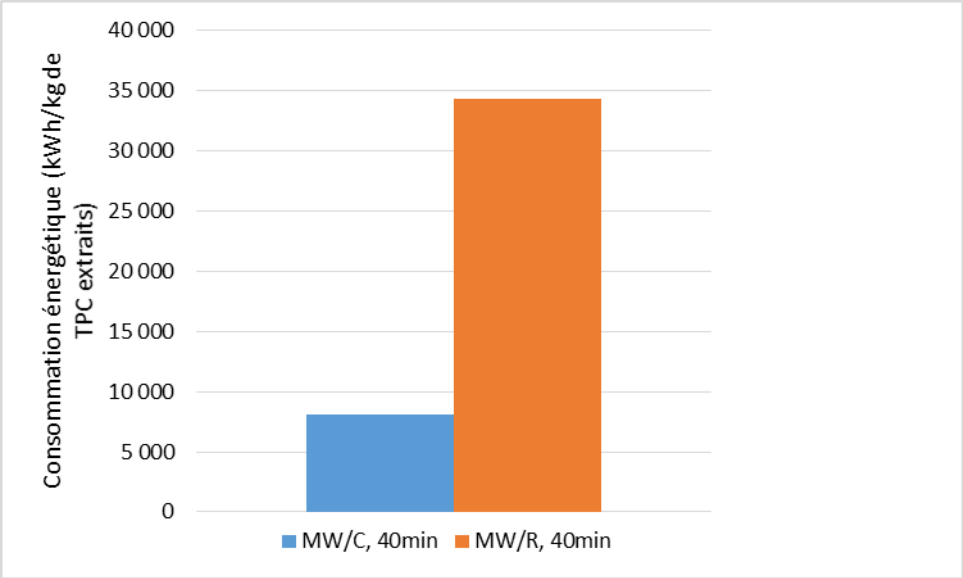


Figure 6 : Consommation énergétique en kWh/kg de TPC selon deux procédés MW/C : Microwave/Centrifuge (vitesse de rotation : 2600g) et MW/R Microwave/Rotation (Vitesse de rotation : 30g)

4. Conclusions et perspectives

L'objectif de ce travail a été, dans un premier temps, d'adapter et de modifier le pilote pour les différentes techniques d'extraction (ajout de vapeurs d'eau dans le système, convection forcée, montée en température élevée, étanchéité…). Le pilote est effectif pour l'Eco-extraction comme le montrent les premiers résultats présentés sur la salade. L'influence de la vitesse de rotation positive pour intensifier la collecte d'extrait a également été mise en évidence. Dans un second temps, l'optimisation des conditions optimales de couplage essorage/chauffage micro-ondes sera étudiée plus en profondeur pour une consommation d'énergie réduite comparée à un procédé classique, et des rendements d'extraction de composés augmentés. Puis, un modèle sera également développé grâce au programme Comsol Multiphysics® pour l'extraction effectuée avec ce pilote utilisant micro-ondes et force centrifuge sur une matrice végétale.

Références :

[1] Leger B, 2008 Etude de l'essorage en vue d'assister thermiquement le procédé. Thèse de l'Université Bordeaux 1.

[2] Apaolaza X. 2014, « Déshydratation assistée thermiquement couplant essorage et micro-ondes » thèse de l'Université de Bordeaux 1.

[3] Abert Vian M. et al., 2008, « Microwave hydrodiffusion and gravity, a new technique for extraction of essential oils », Journal of Chromatography A, 1190, 14.

Compréhension de l'impact des conditions thermiques hydriques et aérauliques sur la qualité finale d'un coproduit séché de l'échelle du séchoir de laboratoire puis à celle du semi industriel

Monfort S. [(1,2)]***, Sommier A.*** [(1)]***, Valat M.*** [(1)]***, Chabrier F.*** [(2)]***, Puiggali J.-R.*** [(1)]

(1) I2M-TREFLE, UMR CNRS 5295, Esplanade des Arts et Métiers 33405 Talence Cedex
(2) AGROTEC 47310 Estillac

Mot clefs : séchage, changement d'échelle, analyses physico-chimiques

1. Introduction

L'industrie agroalimentaire produit actuellement de nombreux résidus qui deviennent, pour bon nombre d'entre eux, des « déchets ». Pour limiter ce gaspillage, il convient de chercher à les valoriser, ce qui leur confère le statut de coproduits. La première étape de cette valorisation est de stabiliser le coproduit pour sa conservation en abaissant l'activité de l'eau afin que les microorganismes ne puissent plus se développer et que la plupart des réactions de dégradation soient ralenties. Dans ce but, les coproduits vont être séchés, ici nous nous intéresserons au séchage convectif, avec pour objectif de définir les conditions opératoires qui permettent au mieux de préserver les qualités gustatives et nutritionnelles nécessaires à leur valorisation. De nombreuses techniques de séchage existent (convectif, sous vide, lyophilisation…) permettant de prendre en compte les spécificités du produit avec des consommations énergétiques qui peuvent être très différentes (lyophilisation vs séchage convectif par exemple). Ici, nous nous intéressons au séchage convectif, avec pour objectif de définir les conditions opératoires qui conduisent à la meilleure préservation des qualités gustatives et nutritionnelles du produit nécessaires à sa valorisation.

Dans le cas du séchage convectif, il existe de nombreuses variantes technologiques d'un séchoir à l'autre. Nous avons considéré deux types de séchage convectif : l'un, classique mettant en jeu un écoulement d'air léchant la surface du produit, l'autre, utilisant un flux d'air impactant la surface du produit et donnant des conditions de transferts (thermique et massique) très différentes du précédent.

Les essais ont été réalisés avec trois équipements différents :

- Une boucle de séchage de laboratoire qui constitue l'outil de référence pour le séchage par léchage et permet de mener un essai de séchage dans des conditions parfaitement maîtrisées,
- un déshydrateur industriel 14m² « classique » de la marque TOMPRESS sur claie, instrumenté par l'entreprise ARCOS, pour le séchage convectif par léchage,
- un four à impact de jet (utilisé en agroalimentaire) de type CAPIC W360208, adapté au séchage et instrumenté, pour le séchage convectif par impact de jet,

La caractérisation des séchoirs ARCOS et CAPIC a été réalisée, du point de vue aéraulique et thermique tant en ce qui concerne les températures que les flux de chaleur. Du point de vue thermique, nous nous sommes intéressés tant au champ de température qu'à la distribution des flux thermiques dans le séchoir. Une fois cette caractérisation réalisée, des essais de séchage ont été menés sur des tranches de pommes Golden Delicious (issues des écarts de tri et de la surproduction) utilisées comme coproduit modèle. L'avantage de ce coproduit est que l'on en trouve toute l'année, que sa chair est de coloration et de texture homogènes et donc, il est plus aisé de quantifier les modifications physico-chimiques (brunissement, changement de texture…) résultant de l'opération de séchage.

2. Matériel et méthode

2.1. Présentation des séchoirs

Pour répondre à notre objectif d'optimisation du séchage, il nous faut maitriser les différents séchoirs utilisés le pilote de séchage « classique », le séchoir à impact de jet et le séchoir sous vide par conduction et également s'assurer des performances réelles de l'enceinte. Pour commencer, nous allons présenter les différents séchoirs et les modifications qui ont été réalisé.

Le schéma décrivant la boucle de séchage est donné sur la Figure 1a. L'air de séchage est mis en mouvement par un ventilateur. Les propriétés de l'air (humidité relative, température et vitesse) sont ajustables et régulées. Le produit est placé dans une veine, sur un support porté par une balance, dans laquelle le flux d'air est homogène (nid d'abeille en amont de la veine).

Le pilote de séchage « classique » de l'industrie agroalimentaire [1] nommé par la suite ARCOS qui représente l'échelle pilote semi-industrielle pour le séchage convectif par léchage, est schématiquement représenté sur la Figure 1. Ce pilote a été modifié pour répondre à nos besoins de suivi du process de séchage. En effet, il a été équipé d'une balance (masse produit) et de capteurs thermo hygromètres (ambiant, amont et aval de la veine de séchage) supplémentaires. La vitesse d'air est calculée en fonction de la vitesse de rotation de la ventilation. C'est pour cela qu'un anémomètre a été placé en amont du support à échantillon. Cela permet de suivre l'évolution de la masse globale du produit (dizaine de kilogrammes) et des conditions environnementales dans lesquelles est réalisé le séchage. L'acquisition et le suivi en temps réel des paramètres d'intérêt du séchage a été réalisé avec le logiciel LabVIEW.

Le troisième séchoir a la particularité d'être à impact de jet (Figure 1c), c'est-à-dire que l'air chaud arrive perpendiculairement au produit contrairement aux deux autres séchoirs où l'air chaud arrive parallèlement (léchage). La déstructuration de la couche limite par un jet impactant la surface à chauffer, permet d'accroître considérablement le transfert thermique [4]. Le transfert de masse (d'eau vers l'air) doit lui aussi être fortement modifié. Le four est conçu de telle façon que l'air de séchage passe dans des conduits convergents situés de part et d'autre du produit. Des orifices situés sur les surfaces des conduits en regard du produit génèrent des jets orientés perpendiculairement au produit. Ce dispositif ne permet, en revanche, que le contrôle de la température. L'humidité relative de l'air et la vitesse d'impact ne sont pas maîtrisées. La masse des produits en cours de séchage est mesurée au moyen d'une balance placée sur le four à laquelle est suspendue le support sur lequel est placé le produit. Pour permettre une mesure précise, la ventilation du four est arrêtée au moment de la prise de mesure de masse.

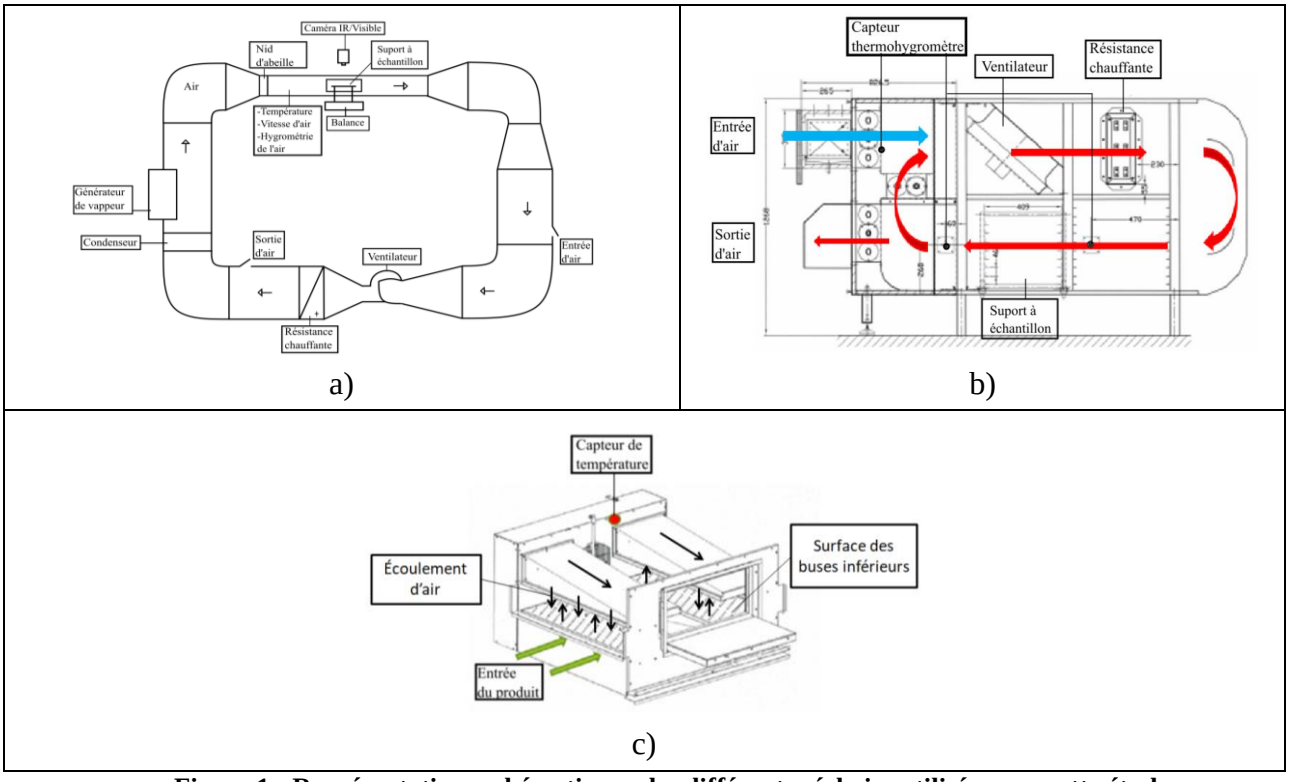


Figure 1 : Représentations schématiques des différents séchoirs utilisés pour cette étude : a) boucle de séchage ; b) séchoir ARCOS ; c) séchoir à impact de jet CAPIC

2.2. Caractérisations thermique et aéraulique

La caractérisation des différents séchoirs a été réalisée à vide (sans produit). Elle doit permettre de quantifier l'hétérogénéité de traitement du produit selon sa position dans l'enceinte de séchage.

Pour cela, il est recommandé d'utiliser deux valeurs de consigne extrêmes (minimum et maximum) et une valeur intermédiaire. Suite à cette caractérisation nous aurons des informations sur l'homogénéité, la stabilité, les écarts de consigne qui règnent dans l'enceinte.

2.2.1. Cartographie en température

La caractérisation thermique s'effectue avec des thermocouples de type K connectés à des enregistreurs de température de la marque Testo type 177T4. Les différentes mesures sont effectuées aux températures de consigne d'air de séchage suivantes : 40, 55 et 70°C. Le temps de mesure et le pas d'acquisition sont définis selon le matériel :

- pour le séchoir ARCOS le temps de mesure est de 20 minutes après que le régime soit établi, avec un pas d'acquisition de 5 s,
- pour le séchoir à impact de jet, le temps de mesure est de 10 min pour un pas de 5s

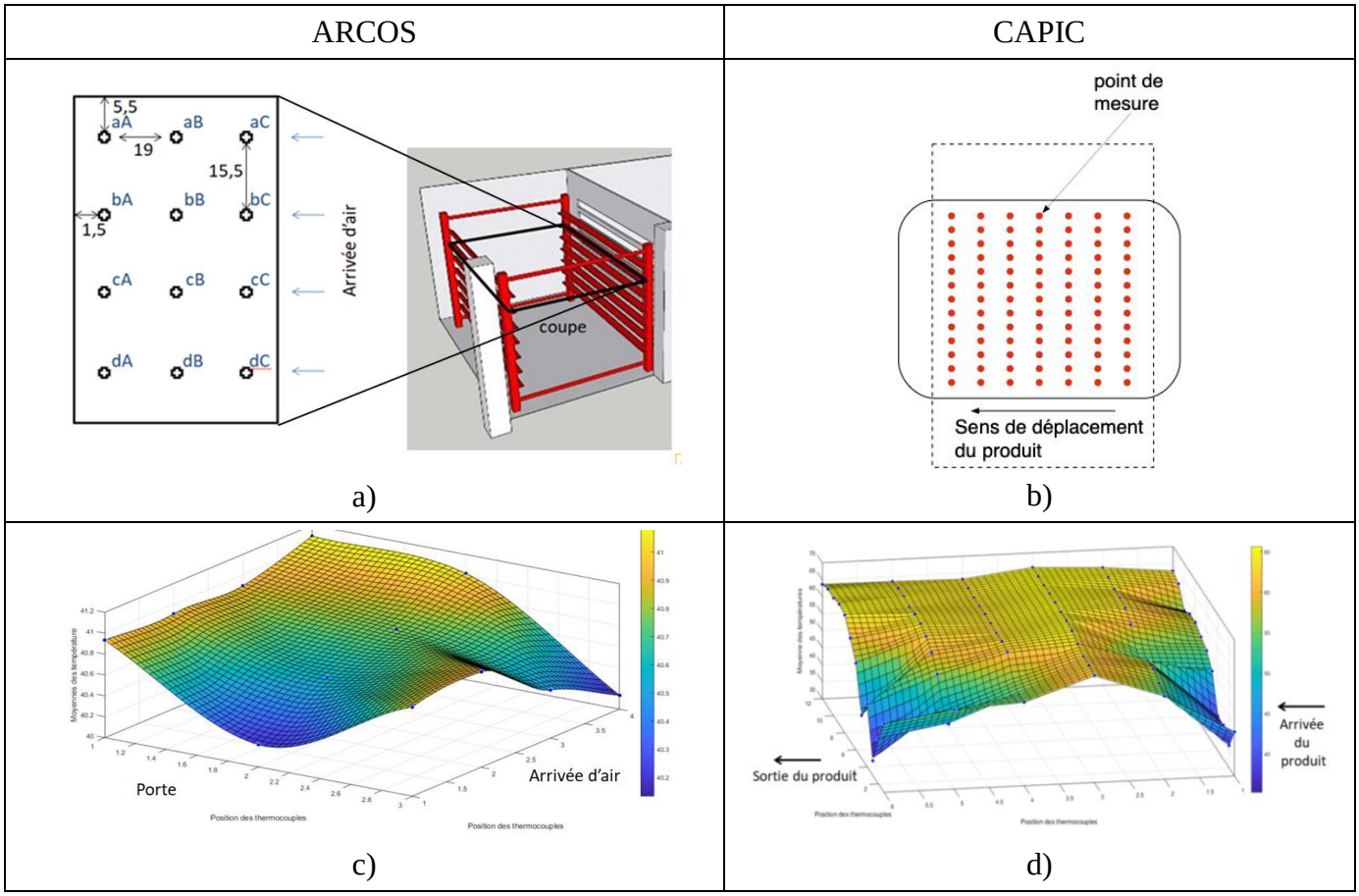


Figure 2 : schéma de la disposition des points de mesure a) du séchoir ARCOS b) du séchoir à impact de jet CAPIC ; représentation des moyennes des températures c) au niveau 1 du séchoir "classique" ARCOS à 40°C et à 10m/s d) du séchoir à impact de jet CAPIC à 40°C

2.2.2. Cartographie du flux thermique

La caractérisation du flux thermique est exécutée selon la méthode développée par Sommier et al. [8] à l'aide d'un fluxmètre représenté sur la Figure 3. Les mesures sont réalisées sur une plage de température allant de 40 à 70°C. La détermination des flux total et convectif repose sur la détermination de l'écart de température entre la surface du capteur et un point situé au cœur du bloc capteur. La mesure n'est possible que tant que cet écart est significatif *i.e.* avant la mise en température de tout le bloc capteur. Pour cette raison la mesure s'effectue lorsque la température du thermocouple interne est comprise entre 17°C et 27°C.

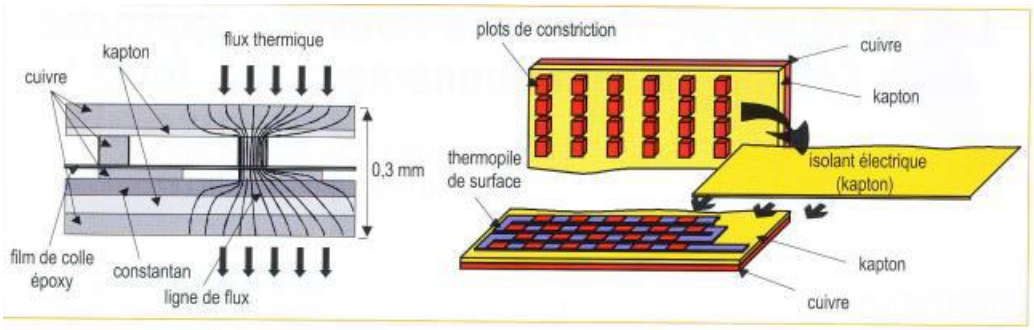


Figure 3 : Schéma du capteur du flux thermique la partie noire mesure le flux thermique total et la partie dorée mesure le flux convectif

Sur la Figure 4, les positions du capteur de flux sur la claie de mesure sont indiquées pour le séchoir ARCOS. Ces mesures ont été répétées sur quatre niveaux différents dans la veine de séchage (niveaux 1, 3, 5 et 7). Pour le four CAPIC, le capteur a été placé sur la largeur du four sur six positions différentes. Le tapis a alors été déplacé pour obtenir les valeurs de flux dans la zone de traitement. Les **Figure 5** a et b montrent les cartographies des coefficients d'échange convectifs qui ont été déduits des mesures. On note que pour le four CAPIC (impact de jet), la cartographie du coefficient d'échange montre des variations importantes, liées au positionnement des buses. Entre deux rangées de buses, le coefficient d'échange convectif tombe à des valeurs équivalentes à celles obtenues sur le four ARCOS (séchage par léchage). En revanche, sous les buses les valeurs obtenues sont entre deux et quatre fois supérieures à celles obtenues sur le séchoir ARCOS. On confirme alors les résultats de la littérature qui soulignent l'intensification des échanges convectifs avec l'utilisation de jets impactants [3, 4].

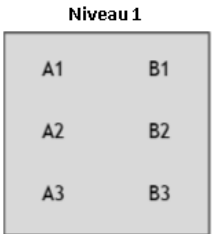


Figure 4 : représentation des positions des points de mesure des flux thermiques pour le séchoir ARCOS

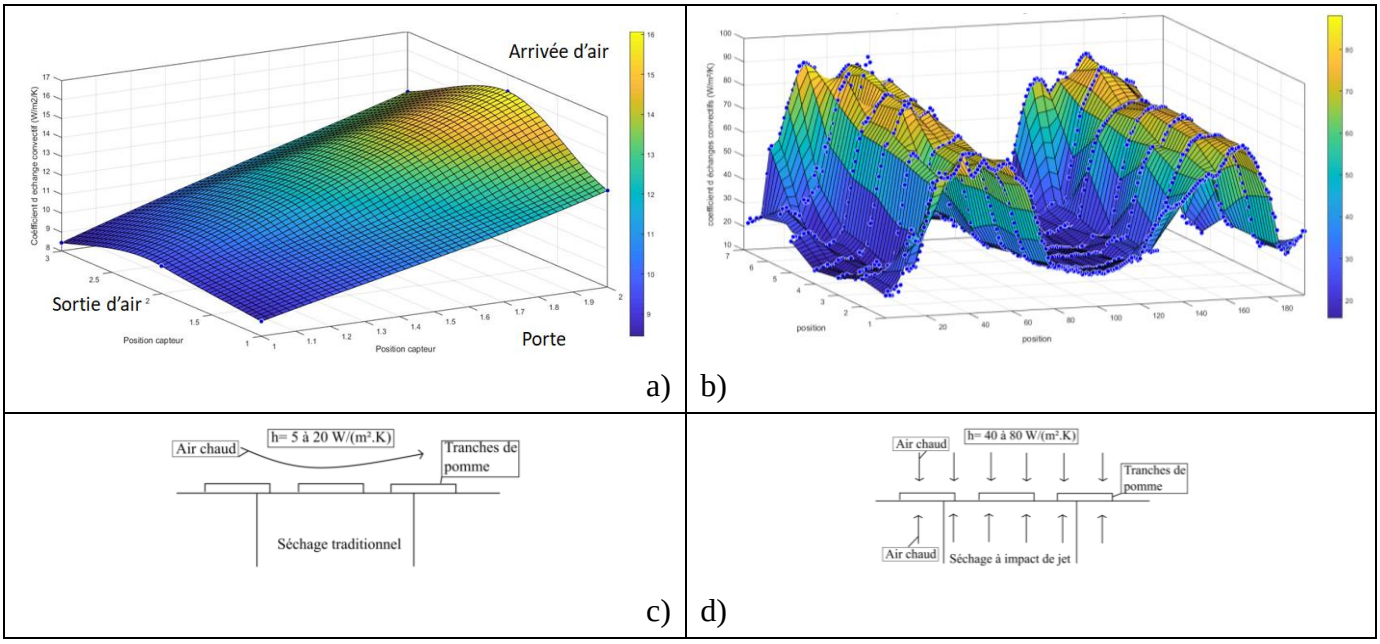
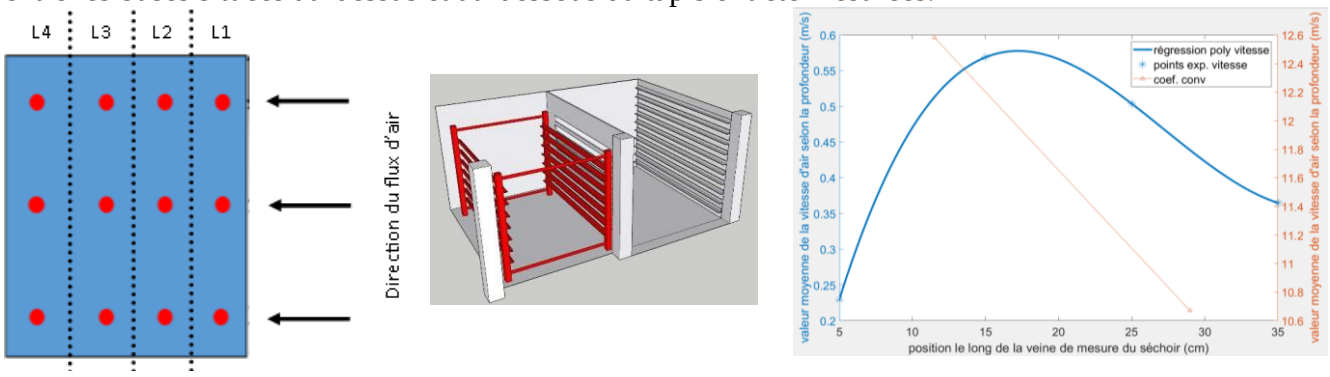


Figure 5 : cartographie représentant le coefficient d'échange thermique a) à la position A1 dans le séchoir "classique" à T=40°C b) des buses supérieur du séchoir à impact de jet à T=40°C; représentation schématique des coefficients d'échange convectif c) du séchoir ARCOS d) du séchoir CAPIC

Les résultats obtenus montrent tout l'intérêt d'analyser l'outil de séchage non seulement en température mais aussi en flux.

2.2.3. Cartographie aéraulique

La caractérisation aéraulique est réalisée de façon similaire pour les séchoirs ARCOS et CAPIC (impact de jet). Le matériel utilisé est un anémomètre à hélice de 1cm de diamètre de la marque Testo et les mesures sont effectuées pendant 10 min, lorsque le régime établi est atteint, avec un pas d'acquisition de 5 s. Pour le four CAPIC (impact de jet), les vitesses moyennes au niveau des buses et entre les buses situées au-dessus et au-dessous du tapis ont été mesurées.



a) b) c)

Figure 6 : répartition des points de mesures sur une claie pour un niveau donné dans le séchoir ARCOS (a) ; support permettant le positionnement des claies et la mesure de masse dans le séchoir ARCOS (b) ; évolution de la vitesse moyenne de l'air sur la largeur de claie le long de la direction de l'écoulement, séchoir ARCOS, consigne à 2m/s (c).

La Figure 6c montre l'évolution de la vitesse moyenne (moyenne des vitesses mesurées sur la largeur de la claie) dans la direction de l'écoulement. On observe que les vitesses enregistrées sont très différentes de la valeur de consigne imposée et que la vitesse du fluide subit des variations importantes le long de la claie dans la direction de l'écoulement. Sur le dispositif utilisé, le réglage de la vitesse est effectué au moyen de la fréquence de rotation du ventilateur. Une recalibration du dispositif a été nécessaire pour corriger l'erreur observée. Quant à la variation de la vitesse dans la direction de l'écoulement, elle est imputable à une reduction de section induite par les supports de claie qui entraîne une accélération du fluide par effet Venturi. Ainsi, si des variations de qualité de séchage sont observées sur la claie, ce mécanisme, observé pour chaque niveau de claie pourrait être incriminé.

	Moyenne des buses supérieurs	Moyenne des buses inférieurs
Moyenne des buses disposées à l'entrée du séchoir	4,2	5,7
Moyenne des buses disposées à la sortie du séchoir	4,5	4,9

Tableau 1 : moyenne des vitesses d'air dans le séchoir CAPIC en m/s

2.3. Caractérisation du produit

2.3.1. Colorimétrie

La colorimétrie a pour but de quantifier la couleur des objets à l'aide de grandeurs physiques mesurables [2]. Pour déterminer les changements de couleur des tranches de pomme lors du séchage, la méthode CIELab est utilisée. Le **L** indique la clarté, le **a** donne les informations sur la couleur dans l'intervalle du vert et du rouge quant au **b** du bleu au jaune. Les mesures sont réalisées à l'aide d'un chromamètre Minolta [5, 6].

2.3.2. Texturométrie

L'analyse de la texture est effectuée par le biais du profil de texture (TPA) et permet de « modéliser » le test dit à deux morsures. Il est réalisé avec un texturomètre TA.TX plus et permet d'atteindre plusieurs paramètres corrélés avec certaines appréciations sensorielles (3,4). Le tes est réalisé en utilisant un mobile cylindrique de diamètre 6mm. On impose le déplacement du mobile à une vitesse de 5mm/s et on mesure la force nécessaire pour faire pénétrer le mobile dans le produit. Lorsque le mobile a pénétré dans le produit à une profondeur de 80% de l'épaisseur du produit. Le mobile alors se retire du produit. La même procédure est reproduite après 5s. Un profil est constitué de

la représentation de la force appliquée au mobile en fonction du temps. La Figure 7 montre les résultats de deux essais effectués sur un échantillon frais et sur un échantillon séché. Les points indiqués correspondent à :

- F1 premier maximum,
- F2 deuxième maximum
- A1 aire sous le premier pic,
- A3 aire sous le pic négatif (force nécessaire pour extraire le mobile du produit),
- A2 aire sous le second pic,
- delta1 durée de la première « mastication »
- delta2 durée de la seconde « mastication »

L'élasticité est donnée par l'inverse de delta1, la dureté correspond à F1, l'adhésivité par A3 et la cohésion correspond au rapport A2/A1. On obtient la masticabilité en multipliant la dureté par la cohésion et par l'élasticité.

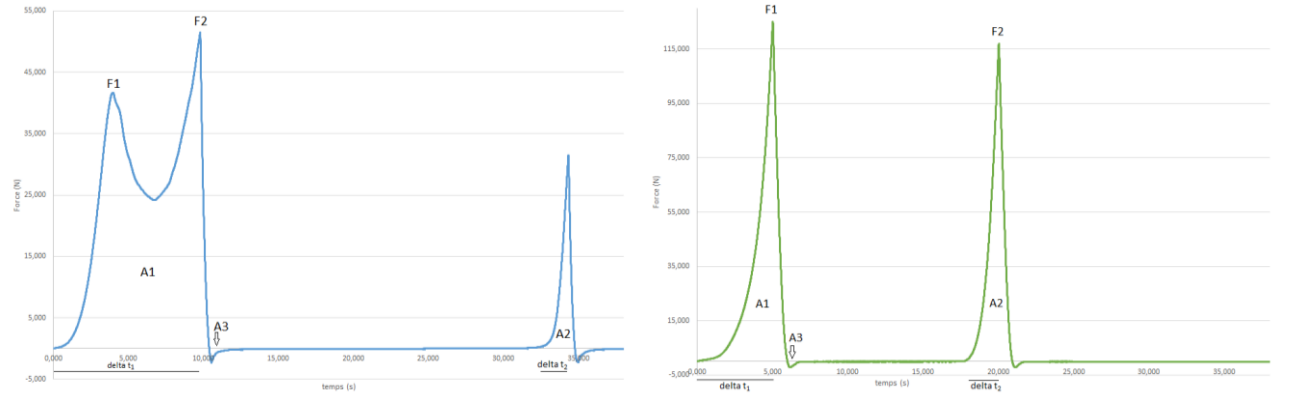


Figure 7 : à droite Texture Profile Analysis (TPA) d'une pomme fraiche et à gauche d'une pomme séchée

2.3.3. Matière sèche

La mesure de la matière sèche est réalisée par pesée de l'échantillon avant et après mise en étuve sous vide à 70°C, lorsque la masse de l'échantillon n'évolue plus (après une dessiccation de 6 à 8h). La détermination de la matière sèche permet d'obtenir la teneur est eau du produit (masse d'eau rapportée à la masse du produit) en cours de séchage, connaissant la teneur en eau initiale du produit.

2.4. Protocole expérimental

Les essais sont réalisés avec le même lot de pomme. Ce lot est stocké dans une chambre froide à 3°C sous atmosphère contrôlée (2,5 à 3% d'oxygène, 2,5 à 4,5% de dioxyde de carbone et le reste d'azote) pour ralentir son murissement et sa dégradation.

Pour chaque essai les pommes sont récupérées, le trognon est enlevé et les pommes sont coupées en tranche de 8 mm avec une mandoline. Ainsi nous obtenons des tranches d'épaisseurs régulières. Seules les cinq tranches du centre de la pomme sont utilisées pour éviter d'avoir des surfaces d'échange et des masses trop variables d'une tranche à l'autre. Le reste des tranches non utilisées pour le séchage sert pour la caractérisation colorimétrique des produits frais.

Pour le séchoir ARCOS, l'ensemble des tranches sélectionnées est réparti sur différentes claies qui seront pesées et sur lesquelles les tranches de pomme sont identifiées pour comparaison avant et après séchage. Chaque claie est positionnée a un niveau bien identifié. L'acquisition des données fournies par les capteurs lors du séchage sont récupérées par le logiciel d'acquisition LabVIEW. Pour le four CAPIC, le protocole est identique, à l'exception du fait que les tranches ne sont disposées que sur une seule grille.

À la fin de l'essai, les pommes sont stockées dans des boites qui sont mises sous un vide partiel jusqu'à la réalisation des mesures de caractérisation des propriétés physico-chimiques.

3. Résultats et interprétations

La Figure 8 montre les cinétiques de séchage moyennes (moyenne sur l'ensemble des tranches séchées par séchoir) obtenues avec les trois dispositifs présentés, pour des conditions de séchage de T=55°C, HR=15%HR et v=2 m/s (comme indiqué plus haut, l'humidité relative et la vitesse d'air ne sont pas contrôlées pour le four CAPIC et ne correspondent pas à ces valeurs. En effet à l'intérieur de

l'enceinte du séchoir CAPIC, la vitesse moyenne estimé est de 5 m/s et l'humidité relative est de 8%HR. Étonnamment, les cinétiques obtenues dans le séchoir ARCOS et la boucle de séchage sont très différentes. La boucle de séchage conduit à un séchage beaucoup plus lent. L'origine de cet écart n'a pas été comprise pour le moment. Quoiqu'il en soit, la cinétique de séchage avec le four CAPIC (à impact de jet) est considérablement plus rapide que celles obtenues avec les deux autres dispositifs.

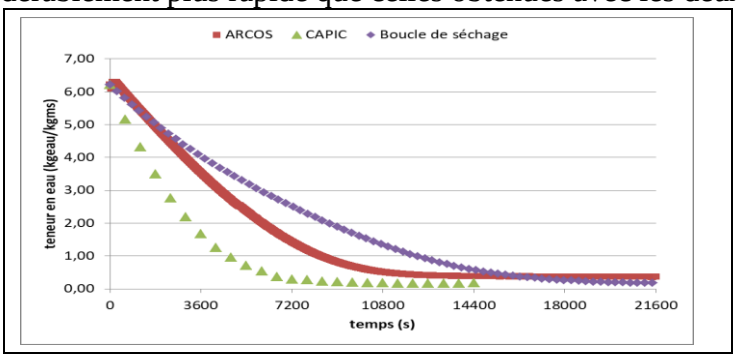


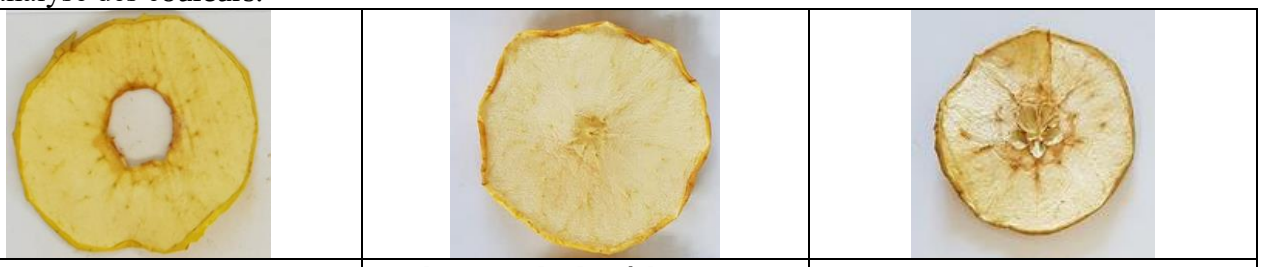
Figure 8 : cinétiques de séchage pour les trois séchoirs présentés (conditions de l'air de séchage : 55°C, 15%HR et 2 m/s)

L'influence de la configuration de séchage est mise en évidence dans le Tableau 2 dans lequel sont reportés les temps de séchage pour atteindre une teneur en eau stable. Le temps de séchage pour le four CAPIC est près de deux fois inférieur à celui obtenu avec le séchoir ARCOS et plus de deux fois inférieur par rapport à celui obtenu avec la boucle de séchage. Il est à noter que l'effet très positif des jets impactants sur la vitesse de séchage est très fortement lié à la morphologie du produit (fin avec grande surface d'échange) pour laquelle l'intensification des transferts externes impacte fortement le séchage.

Séchoir	teneur en eau (kg_{eau}/kg_{ms})	temps de séchage
ARCOS	0,36	5h17
Boucle de séchage	0,15	6h36
CAPIC	0,17	2h50

Tableau 2 : teneurs en eau finales et temps de séchage obtenus avec les trois dispositifs utilisés

On peut alors se poser la question de savoir si les propriétés physico-chimiques des produits obtenus sont très différentes selon la configuration du séchage. Du point de vue de la couleur, visuellement les différences sont difficilement perceptibles (Figure 9). Cette perception est confirmée par l'analyse des couleurs.



a) ARCOS b) Boucle de séchage c) CAPIC

Figure 9 : Produits séchés dans a) le séchoir ARCOS b) la boucle de séchage et c) le four CAPIC

Sur la Figure 10, on a représenté les résultats obtenus à l'aide d'un chromamètre pour les tranches fraiches et séchés dans les conditions indiquées ci-dessus dans le séchoir ARCOS et le four CAPIC. Si les produits séchés sont plus clairs (augmentation de L) que le produit frais, il n'y a pas de différences significatives entre les pommes séchées par les deux séchoirs considérés.

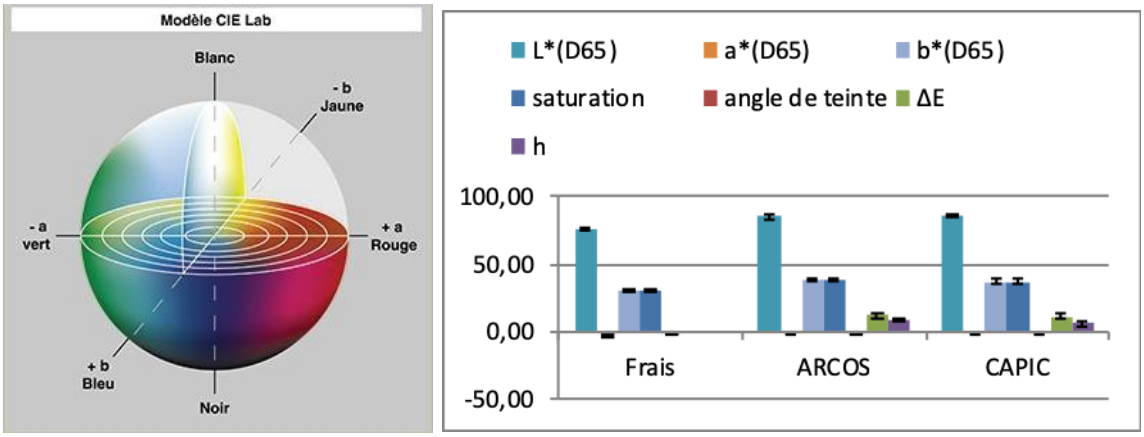


Figure 10 : A gauche représentation de l'espace de couleur CIE L*a*b[7] et à droite comparaisons des résultats entre les séchoirs ARCOS et CAPIC

L'analyse de la texture permet de montrer des différences significatives entre les tranches séchées par le séchoir ARCOS et le four CAPIC. La Figure 11 montre la différence d'élasticité observée sur les échantillons testés. Cette différence est largement confirmée par des tests sensoriels qui montrent que les tranches séchées par impact de jet (CAPIC) sont bien plus craquantes que celles obtenues par le séchoir ARCOS qui elles sont jugées plus moelleuses.

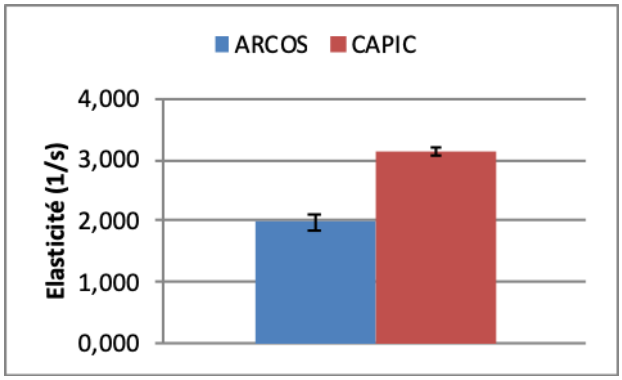


Figure 11 : facteur d'élasticité dans le test TPA

4. Conclusions et interprétations

L'objet de cette étude était de mettre en évidence l'impact du type et des conditions de séchage sur la qualité final du produit.

La caractérisation du produit que ce soit pour le produit frais ou après séchage est essentielle pour :

- Dans le cas du produit frais évaluer l'homogénéité du lot, le taux de maturité…
- Dans le cas du produit sec mettre en évidence des différences liées au séchage, compte tenu des variations observées sur le produit frais.

Les moyennes de mesures mis en œuvre permettent cette caractérisation du point de vue de la texture et de la couleur. Les grandeurs mesurées permettent de montrer que les conditions de séchage ont un impact direct sur les propriétés physico chimique du produit séché.

Pour le même type de séchage (convectif), il est montré que les jets impactant permettent un séchage beaucoup plus rapide que le séchage par léchage, pour des conditions de température équivalentes. Il est important de noter que dans le cas du dispositif pour jets impactant, l'humidité de l'air n'est pas contrôlée. Cependant, pour les essais qui ont été comparé, l'humidité de l'air de séchage ne semble pas être le facteur discriminant. En revanche, des mesures de flux thermiques montrent que le transfert thermique est 2 à 4 fois plus intense pour les jets impactant par rapport au léchage.

La cinétique rapide de séchage a peu de conséquence sur la couleur du produit séché. On n'observe pas de différence significative entre les tranches séchées par le séchoir ARCOS ou le four CAPIC.

Du point de vue de la texture, les produits séchés par jets impactant sont moins élastique (plus cassant) que ceux obtenus par léchage. L'analyse sensorielle confirme que le croustillant est bien plus marqué pour les fruits séchés par impact de jet.

La suite de ces travaux portera sur la détermination de la quantité de composants d'intérêt dans le produit frais et le produit séché (polyphénol,…) et généralisera l'étude à d'autres types de séchage avec pour objectif de définir une méthodologie rigoureuse pour identifier une technique et un barème de séchage le mieux adapté à la conservation des propriétés gustatives et nutritionnelles du produit au cours du séchage avec la contrainte de minimiser la consommation d'énergie.

5. Références

[1] Déshydrateur professionnel inox 40 plateaux 14 m^2: *www.tompress.com*. Accessed: 2018-06-26.

[2] DUPONT, D. and STEEN, D. 2004. Colorimétrie: Éléments théoriques. *Techniques de l'ingénieur. Mesures et contrôle*. R6440 (2004).

[3] Gardon, R. and Akfirat, J.C. 1966. Heat transfer characteristics of impinging two-dimensional air jets. *Journal of Heat Transfer*. 88, 1 (1966), 101–107.

[4] Gardon, R. and Akfirat, J.C. 1965. The role of turbulence in determining the heat-transfer characteristics of impinging jets. *International journal of heat and mass transfer*. 8, 10 (1965), 1261–1272.

[5] Guiné, R.P.F. et al. 2014. Convective Drying of Apples: Kinetic Study, Evaluation of Mass Transfer Properties and Data Analysis using Artificial Neural Networks. *International Journal of Food Engineering*. 10, 2 (Jan. 2014). DOI:https://doi.org/10.1515/ijfe-2012-0135.

[6] Heredia, A. et al. 2007. Drying of cherry tomato by a combination of different dehydration techniques. Comparison of kinetics and other related properties. *Journal of Food Engineering*. 80, 1 (May 2007), 111–118. DOI:https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2006.04.056.

[7] Pietri, E. and Reling, P. 2009. mesure de couleur des végétaux. le cahier des techniques de l'INRA.

[8] Sommier, A. et al. Optimisation de la cuisson de produits alimentaires en four tunnel industriel.

Mesures en génie électrique

The application of prognostic techniques in hybrid electrical vehicle's permanent magnet machine

R. Ginzarly[(1)], G. Hoblos[(1)], N. Moubayed[(2)]

(1) Normandy University, UNIROUEN, ESIGELEC, IRSEEM, 76000, Rouen, France

e-mail: *rmginzarly@gmail.com, ghaleb.hoblos@esigelec.fr*

(2) Lebanese University, Faculty of engineering, Tripoli, Lebanon

e-mail: nmoubayed@yahoo.com

1. Introduction

Nowadays, automobile transportation is in a crisis due to the high price of gasoline. In the future, the crises will worsen unprecedentedly. The supply of oil will diminish widely. In another hand, the dilemma of the environment arises where the need to reduce emissions became a must. Climate change has turn out to be a very powerful motivator for researches to head toward energy efficiency and emission reduction goals [1]. In the field of transportation, Hybrid Electric Vehicles (HEV) are a good alternative for conventional vehicles. [2].

The main concern of HEVs is their reliability and availability; hence, assuring the health and proper operation of HEVs is a mission.

The aim of this project is to apply prognosis on the HEV's electrical machine to predict the coming fault before the relative component fails, to regulate the maintenance schedule and predict the remaining useful life of the machine.

The preferable type of electrical machine to be used in such application is permanent magnet machine (PMM) due to its high power density and efficiency, robust construction and low weight.

A survey on the most sever faults that may sweep the machine will be done to decide what type of fault in the electrical machine will be considered in this study. Then, we will link the faults to the measured parameters that are directly impacted by this fault and extract the appropriate features that will help in achieving fault detection and prognosis [3].

2. Fault severity factor

To classify the types of failures from the most to the less severe, it is taken into consideration the percentage of occurrence and the cost of the relative failed component. The percentage of fault occurrence alone is not enough to classify failures in the order of urgencies.

To do this classification, we define a Fault Severity Factor FSF where:

FSF = (% price of the relative failed component * % of occurrence of a fault) / (Σ (% price of the relative failed component * % of occurrence of a fault)) [4].

According to this approach, the faults that will be considered are: demagnetization, turn to turn short circuit and eccentricity.

The measured parameters that will be used as indicators for fault detection and prevention are: torque, temperature and vibration.

3. Prognosis

The applied prognostic technique is Hidden Markov Model (HMM). HMM is a data-driven prognostic approach since it tends to derive models directly from collected Condition Monitoring (CM) data; they get predictive output directly in terms of CM data. It's a stochastic signal model

A strategy will be developed to detect the presence of fault at its early stage. It is presented in Figure 1. Data coming from Torque, Temperature and vibration sensors will be the input of the prognostic model HMM. The output of the model will be the prognostic decision that will state if the machine is at its healthy or faulty state. If it's at its faulty state it will precise the type of fault

and its remaining useful life [5].

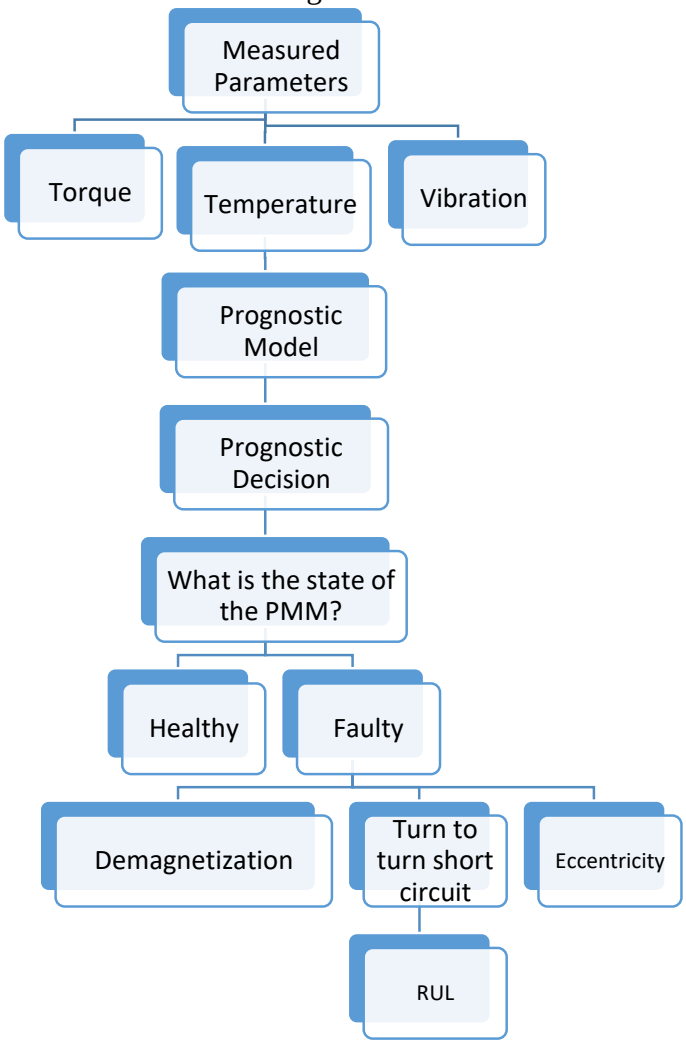


Figure 1. Chart representing the prognostic strategy

An experimental prototype containing the permanent magnet machine where faults are easily integrated and measured data are progressively collected is not available. Hence, the need for an accurate machine model arises. Electromagnetic, thermal and vibration finite element model is built at normal operation of the machine and when different type of faults is integrated.

4. Finite element model

As stated above, a finite element model of the PMM is built.

Finite element method (FEM) also called finite element analysis (FEA) is a very popular numerical method. It is used in many engineering discipline like civil and mechanical engineering and recently in the field of electrical machine. It is useful for models having complicated geometry and containing several types of materials with different properties. It consists of dividing the domain subject of analysis into small elements called sub-domains where the differential equation for each domain is built separately. Then, the combination of the whole sub-systems forms the governing general system. Electromagnetic, thermal and vibration FEM are generated. Those models are built for the case of normal operation and when native defect is integrated.

5. Results linking the measured parameters to different types of fault

Few selected results are presented in this section.

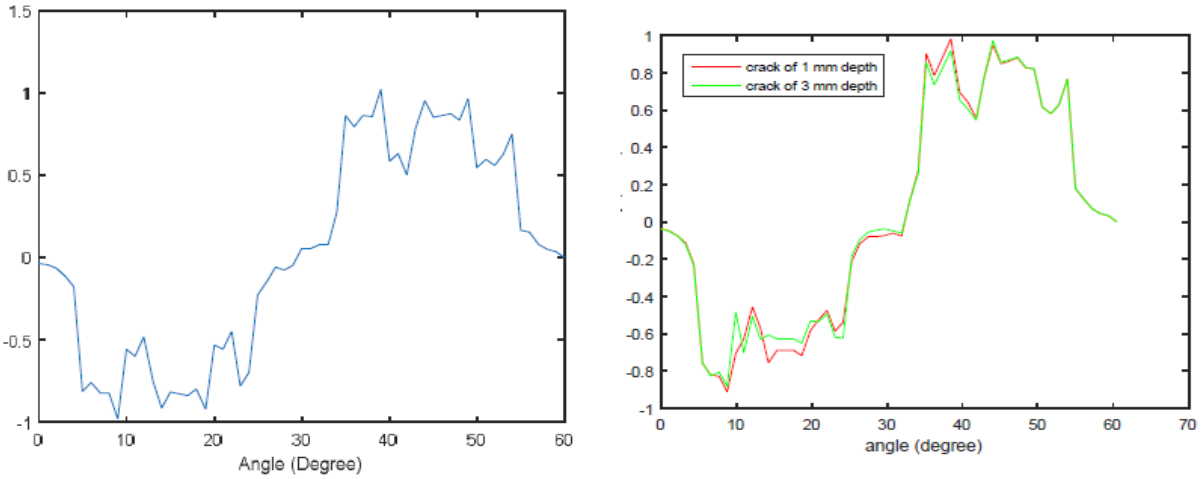


Figure 2. Air gap flux density in the healthy case (left) and in the case of crack in a piece of magnet (right)

The torque is directly proportional to the air gap flux density. In the case of demagnetization, the air gap flux density weakens; hence, the torque decreases.

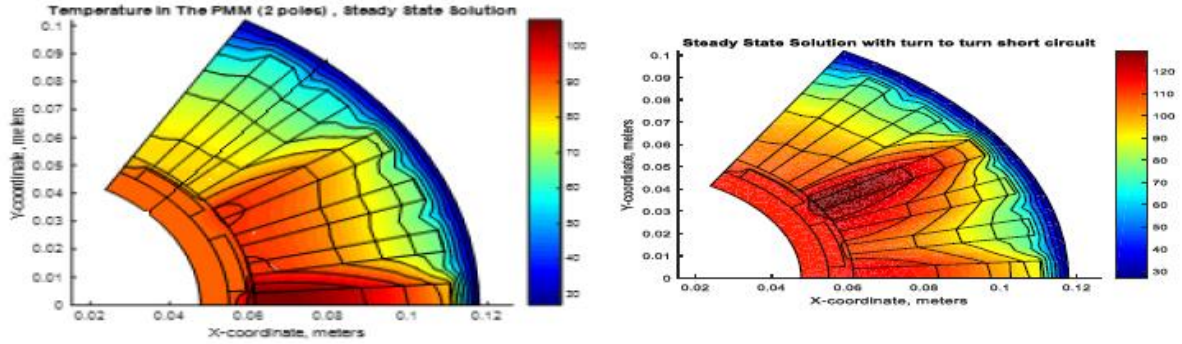


Figure 3. Distribution of temperature in the machine's laminated sheet (two poles) in the healthy case (left) and in the case of turn to turn short circuit in one of the slots (right)

As shown in figure 3, the temperature in the laminated sheet of the machine is highly impacted when turn to turn short circuit take place.

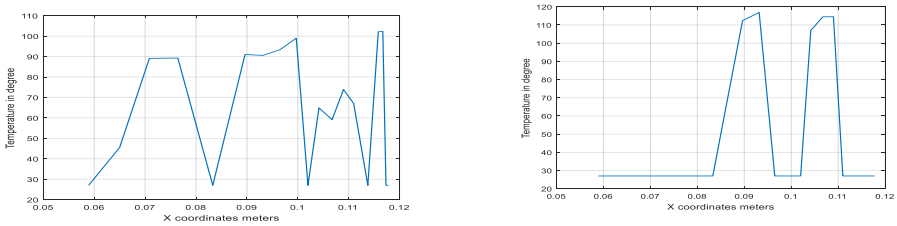


Figure *4*. Temperature at the outer boundary of the machine in the healthy case (left) and with three turns short circuited (right)

During normal operation, the boundary temperature is almost uniform. In the case of turn to turn short circuit in one of the slots, the temperature above the slots belonging to the faulted phase will increases. This will let us detect the presence of short circuit in the relevant phase. The temperature above one of the slots belonging to the faulty phase will be slightly less than the others, this slot is the one containing the short circuit.

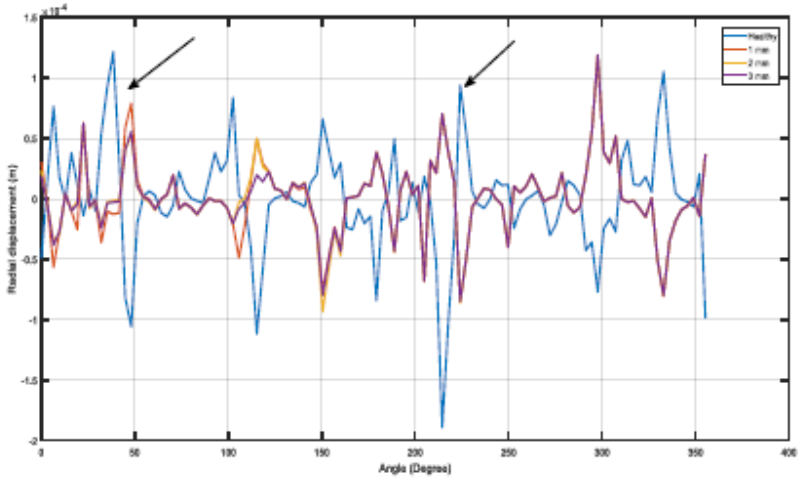


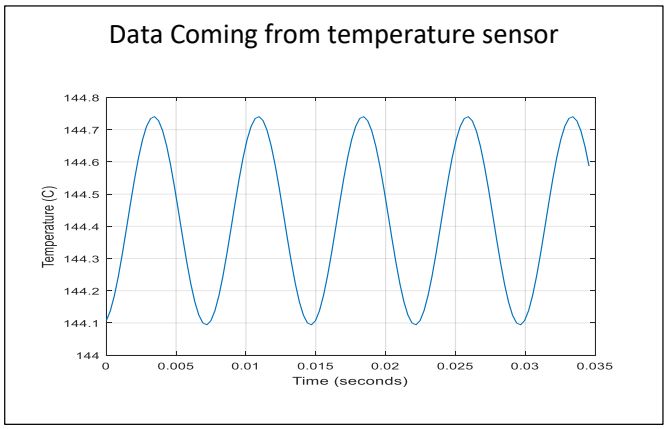
Figure 5. Vibration at machine's periphery in Healthy and faulty case with a crack of different depths are integrated in one piece of magnet

We Remarque in Fig. 5 that the vibration of the machine, radial displacement of the periphery, changes in the case of crack in one piece of magnet. Moreover, the displacement on the whole periphery has switched to the opposite sense compared with the displacement in the healthy case. This is due to the new poles generated in the piece of magnet after the occurrence of the crack. monitoring the vibration of the machine's periphery is a good indicator for demagnetization detection [6].

6. Illustrative example clarifying the prognostic approach

To identify the importance of the presented prognostic approach, an illustrative example will show the response of this approach when a turn to turn short circuit occurs in one of the machine's slot.

The temperature data used as input for the HMM is coming from a temperature sensor located at the boundary of the machine. The prognostic approach will investigate this data and elaborate a decision about the general state of the machine, the state of the magnet and the remaining useful life of the insulation.



Prognostic Approach: Hidden Markov Model

Prognostic Response:

```
There is a turn to turn short circuit in slot 1Temperature at the top edge of the magnet = 217.3 degrees
The RUL of insulation is 22.271537 years
The magnet is at irreversible temperature>>
```

7. Conclusion

Prognosis is mandatory to assure proper operation of HEVs' electrical machine. It has been proven that monitoring parameters like torque, temperature and vibration is useful for fault detection and localization. The HMM will generate the appropriate decision concerning the health state of the machine; the remaining useful life will be calculated accordingly.

8. References

[1] M. Barcaro, N. Bianchi and F. Magnussen, "PM Motors for Hybrid Electric Vehicles", The Open Fuels & Energy Science Journal, pp. 135- 141, 2009.

[2] E. Odv´a and A. Mebarki, "Electric motor-generator for a hybrid electric vehicle", Engineering MECHANICS Conference, p. 131–139, 23 March 2006.

[3] S. Moussaddy, A. Zgheib, H. Dernayka, M.H. El-Jamal, N. Moubayed et R. Outbib, "Requirements change using product lifecycle management for manufacturing process in the hybrid vehicle context", SIELMEN 2009, 7th International Conference on Electromecanical and power systems, pp. 191-196, Romania, 8-9 October 2009.

[4] R. Ginzarly, G. Hoblos, N. Moubayed, “Faults in hybrid electric vehicles' permanent magnet machines”, Technological Advances in Electrical, Electronics and Computer Engineering (TAEECE), pp. 169 – 174, 2015.

[5] R. Ginzarly, G. Hoblos, N. Moubayed, “Decision on prognosis approaches of Hybrid Electric Vehicles’ electrical machines”, Technological Advances in Electrical, Electronics and Computer Engineering (TAEECE), pp. 175-180, 2015

[6]] R. Ginzarly, G. Hoblos, N. Moubayed, “Electromagnetic and Vibration Finite Element Model for Early Fault Detection in Permanent Magnet Machine”, submitted to 10th IFAC Symposium on Fault Detection, Supervision and Safety for Technical Processes, Safeprocess 2018.

Conception d'un système de mesure de la consommation électrique d'une habitation pour le suivi et l'identification de charges résidentielles

Sarra Houidi[(1,2)], François Auger[(1)], Philippe Frétaud[(1)],

Dominique Fourer[(3)], Laurence Miègeville[(1)], Houda Ben Attia Sethom[(2)]

(1) IREENA (Institut de Recherche en Energie Electrique de Nantes Atlantique,
Université de Nantes, 37 Bd de l'Université, BP 406, 44602 Saint-Nazaire cedex, France.
(2) LR11ES15 Laboratoire des Systèmes Electriques, Université de Tunis El Manar,
Ecole Nationale d'Ingénieurs de Tunis, Le Belvédère, BP 37, 1002 Tunis, Tunisie.
(3) IBISC (Informatique, Bio-informatique et Systèmes Complexes) EA 4526
Université d'Évry Val-d'Essonne, 40 rue du Pelvoux, 91080 Courcouronnes, France.

1. Introduction

En France, le secteur résidentiel représente à lui seul près de 30% de la consommation finale d'électricité. C'est cette prédominance de la consommation d'énergie du secteur résidentiel qui a amené les débats de la 21ème Conférence des Parties (COP21) à se concentrer sur l'amélioration de la performance énergétique des habitations et des bâtiments. En effet, en termes de dépenses d'énergie des ménages, la part du budget consacrée à l'électricité est la plus élevée comparée aux autres dépenses en ressources énergétiques [1]. Ceci est lié à l'augmentation démographique et à la multiplication des charges électriques résidentielles [1]. Dans un tel contexte, il est essentiel d'amener le consommateur à gérer rationnellement sa consommation d'électricité. Mais force est de constater que ce dernier connaît mal l'ensemble des facteurs qui déterminent le montant de ses factures. De nombreuses études [2,3] ont pu montrer qu'un retour d'information en temps réel sur sa consommation conduirait à un changement de ses habitudes de consommation [2], et ce, à travers une meilleure répartition de sa consommation et l'effacement des pointes de consommation. Dans ce sens, la mise en place d'un système intelligent capable de réaliser une analyse de la courbe de charge d'un habitat serait une solution. Ces méthodes de suivi de courbe de charge (ou méthodes NILM « *Non Intrusive Load Monitoring* ») ont pour objectif l'estimation de la consommation individuelle de chaque charge électrique résidentielle à partir des mesures de courant et de tension recueillies au niveau du point d'entrée d'une installation électrique [4], typiquement au niveau du tableau électrique. Sur le marché, il existe plusieurs solutions industrielles, mais leur coût demeure relativement élevé [3]. Dans cet article, nous nous proposons de présenter les constituants matériels et logiciels d'un dispositif d'acquisition et d'exploitation des mesures de courant et de tension d'une habitation, à faible coût et qui peut être déployé facilement en plusieurs exemplaires. L'article s'articulera de la façon suivante : la section 2 présentera un état de l'art des solutions technologiques proposées par le milieu de l'industrie et celui de la recherche pour la mesure de la consommation dans le secteur résidentiel; en section 3, l'architecture matérielle du système d'acquisition réalisé sera décrite. Les circuits de conditionnement des signaux de courant et de tension seront détaillés, ainsi que le circuit d'acquisition et de stockage des données. Enfin, en section 4, les données recueillies par le système d'acquisition seront présentées avant de conclure.

2. Etat de l'art des technologies pour les mesures de consommation résidentielle

A. Applications industrielles commercialisées

Il existe sur le marché plusieurs solutions industrielles ayant pour but la décomposition en charges électriques résidentielles distinctes de la courbe de charge d'un habitat. Nous nous proposons de réaliser un comparatif des différents produits disponibles en termes de technologie et de coût. Il s'agit des technologies telles que «TED 5000», «eMonitor», «Neurio», «Sense Home Energy Monitor» et «Wattseeker» qui associent un dispositif matériel d'acquisition appelé Unité de Transmission de Mesures (UTM) et un outil d'analyse Web. Le dispositif matériel d'acquisition est installé dans le tableau électrique avec un capteur de courant fixé au câble de phase relié au disjoncteur principal. Les puissances active, réactive et le facteur de puissance sont transmis avec un certain pas de temps à un PC local ou un serveur Cloud via une connexion Ethernet, Wi-Fi ou Courant Porteur en Ligne (CPL). Les produits mentionnés peuvent reconnaître avec précision les charges électriques résidentielles énergivores telles que les réfrigérateurs ou les machines à laver. Le Tableau 1 ci-joint présente l'ensemble des fonctionnalités de ces produits. A titre indicatif, le compteur Linky déployé depuis 2015 en France par Enedis/ERDF permet un suivi des puissances actives et réactives consommées en temps réel, mais ne permet pas la reconnaissance des charges. Il communique avec un concentrateur (système informatique de concentration des données à l'échelle d'un quartier) via une liaison CPL.

Tableau 1. Fonctionnalités des dispositifs de désagrégation de la courbe de charge disponibles sur le marché

	TED 5000	**eMonitor**	**Wattseeker**	**Neurio**	**Sense Home Energy**
Dispositif matériel	UTM et capteurs de courant*		Datalogger Lynx [5]*	UTM et capteurs de courant	
Protocole de communication vers interface utilisateur	Ethernet			Wi-Fi	
Fréquence d'échantillonnage	1 Hz	Non disponible	2 kHz	4 kHz	1 Hz
Prix approximatif	300$	800$	ND**	220$CA	300$CA
Société	The Energy Detective (TED)	PowerHouse Dynamics	Qualisteo	Neurio	Sense
Pays	Etats-Unis		France	Canada	

* : Installation par un professionnel
** : Non disponible

B. Applications développées dans le milieu scientifique et académique

Plusieurs chercheurs du domaine ont développé leurs propres prototypes de systèmes d'acquisition pour la mesure en temps réel du courant et de la tension au niveau du tableau électrique d'un habitat. La plupart souhaite répondre aux objectifs suivants [6]:

- autonomie du système (alimentation électrique dédiée),
- minimisation de l'effort d'installation du matériel,
- faible coût et faible consommation,
- fréquence d'échantillonnage et résolution relativement élevées.

G. Aurilio, *et al.* [7] proposent par exemple une architecture constituée de plusieurs systèmes d'acquisition de courant et de tension « esclaves » qui communiquent via une ligne CPL avec un agrégateur de données « maître » comportant un Raspberry Pi. Chaque système d'acquisition « esclave » assure l'acquisition du courant et de la tension d'une charge électrique résidentielle ou d'un groupe de charges par le biais d'un capteur de courant et de tension ainsi que d'un microcontrôleur STM32, avec une fréquence d'échantillonnage de 10 kHz et une résolution du Convertisseur Analogique Numérique (CAN) de 12 bits. Malgré les performances du système proposé, ce dernier requiert d'instrumenter chacun des appareils électroménagers de l'habitat. Le prototype « PASEM » proposé en [8] se distingue par son coût très faible et sa petite dimension. Il est constitué d'un circuit de mesure et de conditionnement des signaux de courant et de tension ainsi que d'un microcontrôleur Texas Instruments MSP430G2131 permettant la CAN des mesures échantillonnées à 1920 Hz avec une résolution de 10 bits. Ces mesures sont transmises via un bus SPI à une « station de base » comportant un Raspberry Pi réalisant le calcul des puissances à partir des données en courant et tension reçues. En dépit des performances que présente ce prototype, il est à noter que la fréquence d'échantillonnage reste relativement faible par rapport à nos objectifs de détection [9] et d'identification [10].

3. Architecture du système d'acquisition proposé

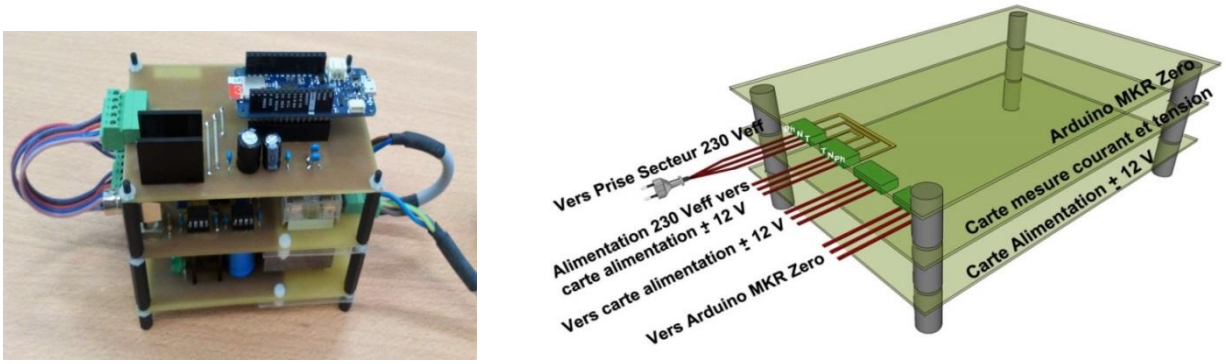
A. Synoptique général du système d'acquisition

Dans cette sous-section, une vue d'ensemble du système d'acquisition est présentée. Le système proposé se compose des principaux maillons d'une chaîne d'acquisition et de traitement: des capteurs de courant et de tension, un circuit de conditionnement des signaux et un microcontrôleur permettant l'échantillonnage, la CAN et le stockage des données. La carte de mesure de courant et de tension (Cf. Figure 1) comprend un capteur de courant (sonde de courant Chauvin Arnoux E3N) et un capteur de tension (LEM LV25-P) dont les grandeurs de sortie sont converties en tension et adaptées par des circuits de conditionnement à la plage de tension tolérée par le microcontrôleur Arduino MKR Zero (0-3.3V). Cette même carte a été dimensionnée afin de mesurer des puissances d'environ 6 kW, ce qui correspond à la puissance cumulée maximale de toutes les charges électriques résidentielles susceptibles de fonctionner en même temps dans une habitation classique. Cela correspond à la puissance souscrite la plus répandue chez les particuliers. Le CAN intégré dans le microcontrôleur convertit les signaux analogiques en grandeurs numériques quantifiées sur 10 bits et échantillonnées à $F_e = 5$ kHz. La carte d'alimentation $\pm$ 12 V sert à alimenter la carte de mesure du courant et de la tension à partir de la tension du secteur, et ce, au moyen de régulateurs de tension. Pour assurer des protections nécessaires, un fusible est placé sur la phase après le bornier d'entrée 230 V afin d'éviter

l'application de surcharges sur le reste des composants de la carte d'alimentation. Les composants électroniques adoptés sont à faible coût afin que le système puisse être déployé en plusieurs exemplaires.

B. Conditionnement des signaux de courant et de tension

Afin de mettre en forme le signal mesuré par les capteurs en vue d'un traitement et d'un stockage des données, les signaux de courant et de tension sont conditionnés. La Figure 2 (a) présente le schéma électrique du circuit de conditionnement du courant. La tension $V_{ie} = s.i$ appliquée à l'entrée du circuit est délivrée par la sonde de courant qui mesure le courant i sur une phase du réseau domestique monophasé, où s est la sensibilité de la sonde de courant. Cette tension est ensuite appliquée à un montage amplificateur non inverseur (utilisant un amplificateur opérationnel OP27) comprenant les résistances R_{I1} et R_{I4} sur le schéma.



(a) (b)

Figure 1. Système d'acquisition : photo du prototype réalisé (a) et architecture (b)

A la sortie, on obtient la tension $V_B = 1 + \frac{R_{I4}}{R_{I1}} V_{ie}$ qui est ensuite l'entrée d'un pont diviseur résistif constitué des résistances R_{I2} et R_{I3}. Au point milieu de ce pont diviseur, un second amplificateur opérationnel est utilisé en montage suiveur. En considérant le courant entrant dans l'entrée non-inverseuse comme négligeable, on peut écrire :

$$\frac{V_B - V_{is}}{R_{I3}} + \frac{V_{ref} - V_{is}}{R_{I2}} \approx 0 \text{ A}, \quad (1)$$

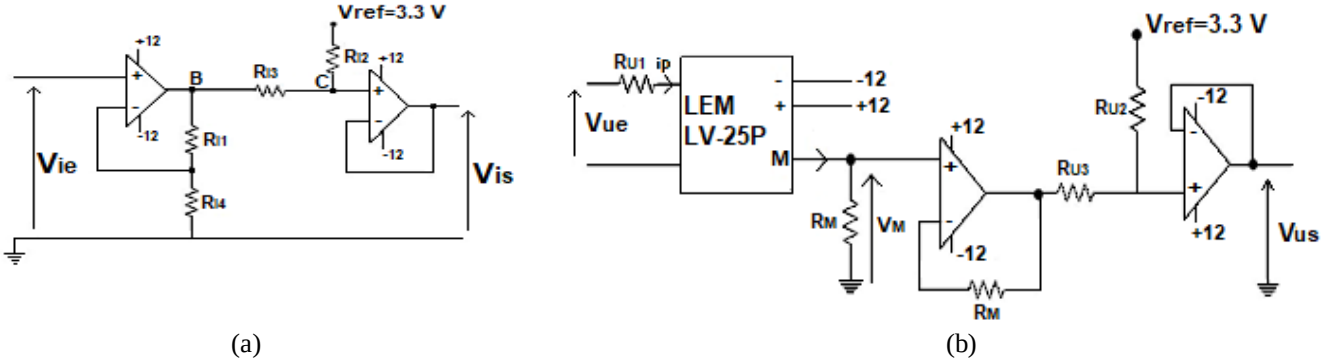
soit $$V_{is} = \frac{R_{I3}}{R_{I3}+R_{I2}} V_{ref} + \frac{R_{I2}}{R_{I3}+R_{I2}} (1 + \frac{R_{I1}}{R_{I4}}) V_{ie} = \frac{R_{I3}}{R_{I3}+R_{I2}} V_{ref} + \frac{R_{I2}}{R_{I3}+R_{I2}} \left(1 + \frac{R_{I1}}{R_{I4}}\right) s.i \quad (2)$$

Afin d'obtenir en sortie de ce circuit une tension comprise entre 0 et 3.3V (plage de tension tolérée à l'entrée du CAN) et mesurer une puissance maximale proche de 6 kW, la sensibilité de la sonde de courant est fixée à 10mV/A, et les valeurs des résistances choisies sont R_{I4}=1 kΩ et R_{I1}=8.25 kΩ. R_{I2} et R_{I3} sont fixées à 1 kΩ afin d'obtenir une tension de sortie $V_{is} = \frac{V_{ref}}{2}$ lorsque $i = 0\ A$. De telles valeurs de résistances permettent la mesure d'un courant maximal correspondant à $i_{max} \approx 35.67\ A$ crête, ce qui correspond à une valeur efficace du courant $i_{eff} \approx 25.23\ A$ (quand $V_{is} = 3.3\text{V}$) , et donc la mesure d'une puissance maximale $P_{max} = \frac{i_{max} \times 230}{\sqrt{2}} \approx 5802\ W$. De même, étant donné que la résolution choisie est de 10 bits, le pas de quantification du courant correspond à $q_I = \frac{3.3}{s.2^{10}} \frac{1+R_{I3}/R_{I2}}{1+R_{I1}/R_{I4}} \approx 69mA$, ce qui permet la mesure d'une puissance minimale environ égale à $q_P = \frac{q_I}{\sqrt{2}} 230 \approx 11.3$ W, proche de la puissance moyenne d'une ampoule basse consommation. La Figure 2 (b) présente le schéma électrique du circuit de conditionnement de la tension. La mesure de la tension est réalisée au moyen d'un capteur de tension alternative à effet Hall LEM LV25-P avec isolation galvanique (permettant la mesure de tensions allant jusqu'à 500V). En tenant compte du fait que la tension maximale d'entrée du circuit correspond à $V_{ue\ max} = 230\sqrt{2}\ V$, et que le courant primaire i_p à l'entrée du capteur de courant doit être égal à 10mA [11], la résistance en série R_{U1} est dimensionnée de telle sorte que $R_{U1} = \frac{230 \times \sqrt{2}}{0.01} \approx \frac{100}{3}$ kΩ. Le capteur de tension utilisé est un transformateur de courant avec un rapport de transformation de 2.5. Il transforme donc le courant primaire $i_p = \frac{V_{ue}}{R_{U1}} \approx 9.76$ mA crête en un courant secondaire $i_s = 2.5\, i_p \approx 24.4$ mA crête, et qui produit aux bornes de la résistance R_M une tension $V_M = 2.5 \frac{R_M}{R_{U1}} V_{ue}$. Un pont diviseur résistif et deux amplificateurs opérationnels montés en suiveurs sont utilisés pour générer une tension de sortie comprise entre 0

et 3.3V. On fixe $R_{U2} = R_{U3} = 1$ kΩ afin que $V_{us} = \frac{V_{ref}}{2}$ quand $V_{ue} = 0$ V. L'expression de la tension de sortie V_{us} est :

$$V_{us} = \frac{R_{U3}}{R_{U3} + R_{U2}} V_{ref} + \frac{2.5\, R_{U2} R_M}{R_{U1}(R_{U3} + R_{U2})} V_{ue} \quad (3)$$

Avec R_M =130 Ω (dont la valeur doit être comprise entre 100 et 320 Ω d'après le constructeur [8]), on obtient une tension V_{us} au maximum égale à 3.11 V.



(a) (b)

Figure 2. Schéma électrique des circuits de conditionnement : du courant (a), de la tension (b).

Une des originalités intéressante de la réalisation proposée est l'implantation des résistances sur des supports de circuits intégrés, ce qui permet de changer facilement de calibre de puissance.

C. Echantillonnage des signaux et stockage des données

Les signaux analogiques de courant et de tension fournis par la carte de mesure sont numérisés par un microcontrôleur Arduino MKR Zero avec une résolution de 10 bits. Ce dernier est basé sur un processeur 32 bits ARM Cortex M0+ (SAMD21) cadencé à 48 MHz incluant un CAN 8/10/12 bits, une horloge temps réel ainsi qu'un support pour carte micro-SD. Les signaux de courant et de tension sont échantillonnés à F_e = 5 kHz. Ce choix de fréquence d'échantillonnage est en partie lié au temps d'écriture dans la carte SD. En effet, une analyse du temps d'écriture de données dans un fichier texte de la carte SD a pu montrer que le temps nécessaire pour exécuter la fonction *file.print()* de la librairie SD.h augmentait avec le nombre de données à écrire. Afin de contourner ce problème, nous avons d'une part, utilisé un certain nombre de bibliothèques qui ont permis un gain de temps lors du développement de l'application comme « FastADC.h » pour la gestion du CAN (compatible avec une résolution de 10 bits) et « SAMDtimer.h » pour la gestion des compteurs/décompteurs. D'autre part, au lieu d'utiliser un système d'écriture dans des fichiers texte, la carte SD est utilisée comme une mémoire EEPROM structurée en paquets de 512 octets. L'acquisition de la tension et du courant est réalisée à chaque exécution d'un service d'interruption déclenché par un timer 16 bits dans lequel nous utilisons 20 buffers de 510 octets qui stockent les échantillons. Cinq octets sont utilisés pour stocker deux acquisitions de tension et deux acquisitions de courant. Un buffer contient de ce fait 510×2/5=204 acquisitions du courant et de la tension. Quand un buffer est plein, le buffer suivant se remplit. En même temps, on signale à la boucle principale du programme que le buffer plein doit être sauvegardé dans la carte SD. Ceci est réalisé via un tableau de 20 variables booléennes. Une variable est mise à 1 quand un buffer est en train de se remplir, et elle est mise à 0 quand il est plein. L'utilisation de 20 buffers dans la routine d'interruption permet de laisser le temps à un buffer de 510 octets d'être écrit dans un paquet de la carte SD au moyen de la fonction *cardwriteBlock()* de la libraire Sd2Fat.h . En effet, le temps nécessaire pour remplir un buffer est de 204/5000≈ 40.8 ms, tandis que celui correspondant au temps moyen d'écriture dans un paquet de la carte SD est en moyenne de 4 ms pour la carte SD choisie. Cependant, ce temps n'est pas toujours constant, et il arrive qu'il dépasse les 41 ms. Une comparaison des performances de plusieurs cartes SD en termes de temps nécessaire pour l'écriture successive de 510 octets dans des blocs a conduit à choisir une carte SD présentant le moins de pics de temps. Il s'agit d'une carte micro SD Samsung EVO Plus de 32 Go de type UHSI [12] dont la vitesse de lecture est de 95 Mo/s et celle d'écriture est de 20 Mo/s, avec une durée de vie de 10 000 cycles d'écriture. Elle permet l'acquisition de données pendant $\frac{204\times32\,.2^{30}}{5000\times512}$ secondes, soit 1 mois. Il est à noter que le premier paquet de la carte SD est utilisé pour stocker le nombre total d'acquisitions, la date et l'heure ainsi que le numéro du

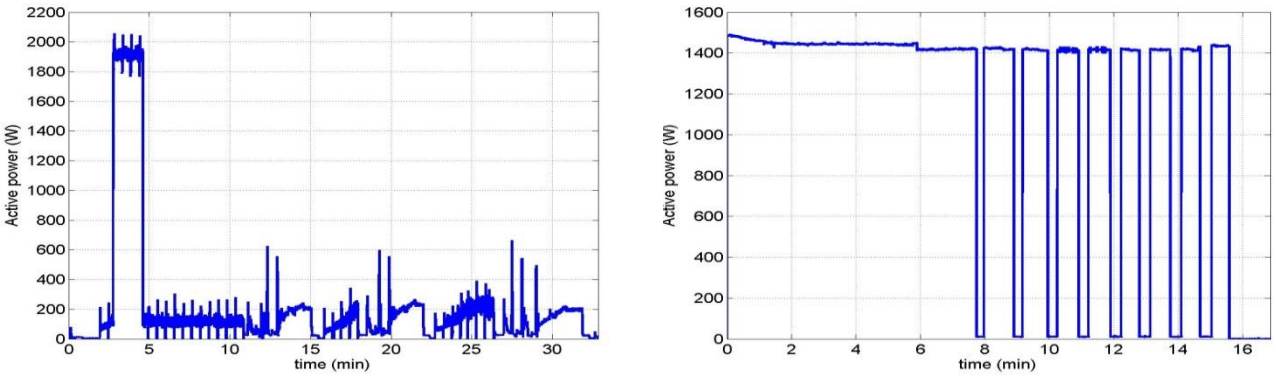
dernier paquet rempli. La boucle principale gère aussi la lecture des données. Deux boutons poussoirs sont utilisés. L'un permet de démarrer/arrêter une acquisition et l'autre permet de démarrer/arrêter un protocole de transmission des données enregistrés sur la carte SD vers un PC via le câble de liaison USB. L'utilisateur (ou une application développée sous Matlab) a accès aux informations de la carte SD (date et heure, premier et dernier « bloc » d'une acquisition, pourcentage de mémoire utilisée de la carte SD) et peut sélectionner le ou les blocks qu'il souhaite lire.

4. Exemple de mesures de courant et de tension recueillies

Dans cette section, certaines des acquisitions réalisées avec le prototype proposé sont présentées. Nous montrons qu'avec le même matériel, il est possible d'obtenir les mesures de courant et de tension de charges individuelles d'une habitation donnée ou les mesures de courant et de tension totales de cette même habitation. En utilisant ces mesures, il est possible de construire une base de données de charges domestiques en vue de leur identification automatique [9] et de déterminer un profil de consommation. Ici, un profil correspond à la puissance active en fonction du temps. Celui-ci se calcule à partir des mesures de courant et de tension de la manière suivante:

$$P[n] = \frac{1}{M}\sum_{k=n-M+1}^{n} v[k]i[k] \quad \text{avec M}=F_e/F=\frac{5000}{50} = 100 \text{ points par période de 20 ms} \tag{4}$$

Où F=50 Hz est la fréquence du réseau électrique domestique. La Figure 3 correspond au profil de consommation de charges individuelles.



(a) (b)

Figure 3. Profil de consommation de charges électriques individuelles: machine à laver (a), four électrique (b).

On montre ainsi le profil de consommation d'une machine à laver fonctionnant à 30°C en mode économique avec un essorage à 800 tours par minute (cf. Figure 3 (a)). Dans ce profil on reconnait les étapes du cycle de fonctionnement d'une machine à laver : chauffage de l'eau, rinçage et essorage. Le profil de consommation d'un four est également présenté (cf. Figure 3 (b)) où l'on peut observer le fonctionnement en tout ou rien.

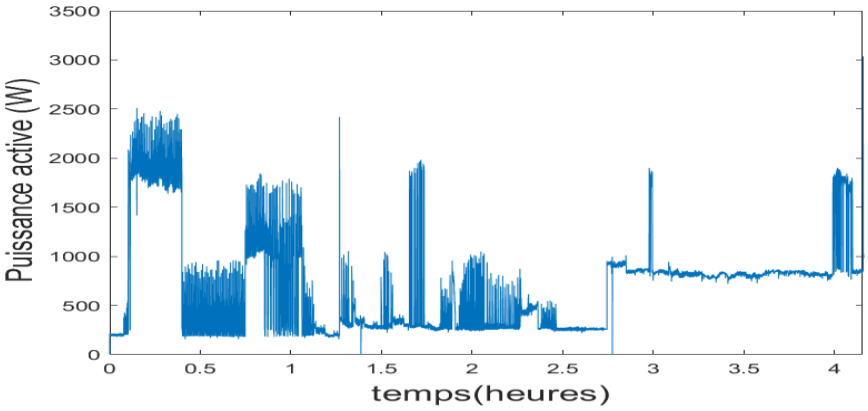


Figure 4. Partie du profil de consommation de consommation d'une habitation

La Figure 4 correspond à une partie du profil de consommation d'une habitation. Une machine à laver est d'abord activée et fonctionne pendant 2 heures et 30 minutes. Entre 1h et 1h30 une télévision LCD

est activée suivie d'un four entre 1h30 et 2h puis à la 4ème heure. Enfin un radiateur électrique est mis en marche entre 3h et 3h30. Le plancher de consommation d'environ 250 W correspond au fonctionnement de deux routeurs wifi, deux récepteurs pour la télévision en mode veille et cinq chargeurs de téléphone.

5. Conclusion

Dans cet article, nous présentons les constituants matériels et logiciels d'un système d'acquisition en temps réel des mesures de consommation électrique d'une habitation. L'objectif d'un tel dispositif est de recueillir des mesures de tension et de courant qui seront ensuite exploitées pour détecter la mise en marche et en arrêt des charges électriques résidentielles [10] et les identifier une fois leur signatures électriques mises en place [9]. Ce dispositif a été conçu pour permettre l'identification de chaque charge électrique d'une habitation et l'estimation de sa contribution à l'énergie totale consommée. Le dispositif que nous avons mis en place répond en grande partie aux critères évoqués dans la section 2. B, c'est-à-dire un faible coût, une autonomie en énergie, une facilité d'installation et une fréquence d'échantillonnage élevée par rapport à ce qui est proposé dans l'état de l'art, en plus d'une capacité de mémoire permettant l'acquisition de données pendant un mois. L'architecture matérielle utilisée est également présentée. Elle est constituée d'une carte Arduino MKR Zero (incluant une horloge temps-réel et un lecteur de cartes SD) et de capteurs de courant et de tension avec leurs circuits de conditionnement. L'article présente également la structure du logiciel d'acquisition, constitué principalement d'une interruption assurant la régularité des acquisitions et d'une tâche de fond pour l'écriture des données sur la carte SD. Les calculs conduisant au choix de la période d'échantillonnage sont détaillés ainsi qu'une technique de compression de données sans pertes qui permet de stocker davantage de mesures dans la mémoire vive du microcontrôleur et sur la carte SD. Enfin, des données recueillies par le système d'acquisition correspondant à des charges individuelles sont montrées en dernière partie. Un portage de ce système sur Raspberry est à envisager, cela permettrait entre autre une communication Wi-Fi avec un serveur pour transmettre les données et les exploiter. Le microcontrôleur utilisé dispose de la puissance de calcul nécessaire pour faire de la gestion d'énergie en temps réel au lieu de l'enregistrement de données.

6. Références

1. GIMELEC, « Livre blanc sur les réseaux électriques intelligents », 2010.
2. V, Tiefenbeck, A. Wörner, S. Schöb, E. Fleisch, T. Staake, « Real-time feedback promotes energy conservation in the absence of volunteer selection bias and monetary incentives », Nature Energy, 2018.
3. Y. Wang, Q. Chen, T. Hong, and C. Kang, "Review of smart meter data analytics: Applications, methodologies, and challenges," IEEE Trans. on Smart Grid, pp. 1–1, 2018.
4. S. M. Tabatabaei, S. Dick, W. Xu, « Toward Non-Intrusive Load Monitoring via Multi-Label Classification », IEEE Trans. On Smart Grid, Vol 8, No 1, pp. 26-40, 2017.
5. Data acquisition systems Lynx, dataloggers, URL: http://www.lynxtec.com.br/z_prod_aqd.htm
6. K. Gomez, R. Riggio, T. Rasheed, D. Miorandi, F. Granelli, « Energino: a Hardware and Software Solution for Energy Consumption Monitoring », 10th International Symposium on Modeling and Optimization in Mobile, Ad Hoc and Wireless Networks (WiOpt), pp. 311-317, 2012.
7. G. Aurilio, D. Gallo, C. Landi, M. Luiso, G. Graditi, « A Low Cost Smart Meter Network for a Smart Utility », IEEE Int. Conf. On Instrumentation and Measurement Technology (I2MTC), pp 380-385, 2014.
8. M. C. Lorek, F. Chraim, K. S. J. Pister, Steven Lanzisera, « COTS-Based Stick-On Electricity Meters », IEEE Sensors Journal, Vol. 14, N°10, pp. 3482-3489, 2017.
9. S. Houidi, F. Auger, H. Ben Attia Sethom, D. Fourer, L. Miègeville, « Relevant features selection for home appliances recognition », Electrimacs, Toulouse, France, 2017.
10. S. Houidi, F. Auger, H. Ben Attia Sethom, L. Miègeville, D. Fourer, X. Jiang, « Statistical assessment of abrupt change detectors for non intrusive load monitoring », IEEE Int. Conf on Industrial Technology (ICIT), Lyon, France, 2018.
11. LEM LV-25 P voltage transducer datasheet.
12. Caractéristiques techniques des cartes SD, URL : https://www.lesnumeriques.com/carte memoire/cartes-sd-dechiffrer-caracteristiques-techniques-a1852.html

Mesure en biomécanique, médecine et sport

Quantification des flux collatéraux chez des patients présentant des coronaropathies sévères

Agnès Drochon[(1)], Amédéo Anselmi[(2)], Hervé Corbineau [(2)], Jean-Philippe Verhoye [(2)]

(1) Laboratoire BioMécanique et BioIngénierie, UMR CNRS 7338,
Université de Technologie de Compiègne et Sorbonne Universités , Compiègne, France
(2) Service de Chirurgie Cardio-Thoracique du CHU PontChaillou, Rennes, France

1. Position du problème

Nous présentons ici un exemple illustrant une démarche de mesure indirecte dans le domaine de la biomécanique cardio-vasculaire. La situation à laquelle sont confrontés les chirurgiens est celle où l'artère coronaire droite est thrombosée (le réseau droit n'est donc plus alimenté par cette artère) et où les artères coronaires gauches sont sténosées (obstruction partielle) (un rappel sur l'anatomie des artères coronaires est présenté Figure 1). Dans une telle situation, un réseau de suppléance a pu éventuellement se développer au cours des années. Cela s'appelle la collatéralité et est très variable d'une personne à l'autre. Chez un patient présentant une bonne collatéralité, le côté droit du cœur sera irrigué quand même, même si l'artère coronaire droite est totalement obstruée. Lors de l'intervention chirurgicale, 2 pontages sont réalisés sur les coronaires gauches. L'enjeu de notre étude est de pouvoir qualifier l'efficacité du réseau collatéral pour juger de la pertinence d'un troisième pontage, sur la coronaire droite. De nouveaux problèmes hémodynamiques peuvent en effet apparaître au bout de quelques temps chez les patients ayant subi un triple pontage coronarien et présentant une bonne collatéralité. Ces problèmes peuvent être liés à la nature des ponts eux-mêmes, à la qualité des anastomoses, à la qualité du lit aval, ou à des phénomènes de compétition de flux.

Nous avons donc développé un modèle basé sur l'analogie entre les réseaux électriques et hydrauliques (modèle « 0D ») pour évaluer les flux difficilement mesurables en pratique, comme les débits dans les artères natives avant et après pontage, la perfusion des territoires distaux et les débits dans les vaisseaux collatéraux [1]. Ce modèle est « patient-spécifique » au sens où une partie des paramètres du modèle est déterminée à partir des données cliniques du patient lui-même.

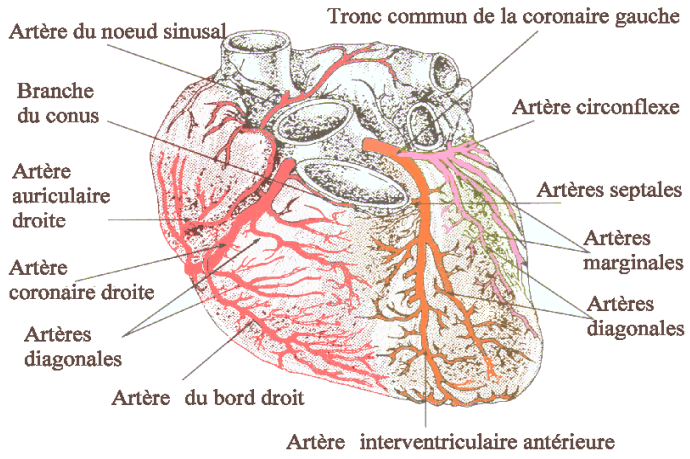


Figure 1. Anatomie des artères coronaires humaines. L'artère coronaire gauche se divise en deux : l'artère interventriculaire antérieure (LAD) et l'artère circonflexe (LCx). Du côté droit, l'artère principale est l'interventriculaire postérieure (RCA).

2. Mesures cliniques pour chaque patient [2]

Le pont sur la coronaire droite est posé en premier, puis les données sont acquises en 4 temps:

Deux séries de mesure, les artères gauches (LAD et LCx) étant non pontées: i) pont droit clampé (ce qui revient à la situation pathologique, situation « 0G ») : mesure de la pression aortique P_{ao}, de la pression veineuse centrale P_{vc}, et de la pression en aval de la thrombose, P_w ; ii) pont droit déclampé (situation « 1G »): mesure de P_{ao}, P_{vc}, et du débit dans le pont droit, Q_{RCAg}

Deux séries de mesure après pontage des artères du réseau gauche: i) pont droit clampé (situation « 2G »): mesure de P_{ao}, P_{vc}, P_w et des débits dans les ponts Iva et Cx, Q_{LADg}, Q_{LCxg} ii) pont droit déclampé (situation « 3G »): mesure de P_{ao} et P_{vc} et des débits dans les 3 ponts, Q_{RCAg} (Cf. Figure 2), Q_{LCxg}, Q_{LADg}. Les pressions sont mesurées grâce à des cathéters: sonde de Swan-Ganz pour les mesures dans la cavité cardiaque droite, et cathéter dans l'artère radiale (au poignet) pour le contrôle de la pression sanguine systémique.

La coronarographie permet, par ailleurs, d'évaluer le degré de sténose des artères gauches.

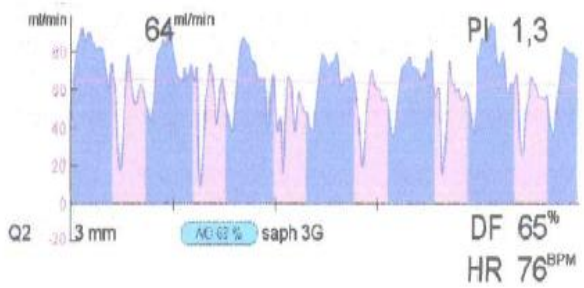


Figure 2. Exemple d'enregistrement clinique: débit dans la veine saphène (pont sur RCA), cas « 3G » en fonction du temps. La partie rose correspond à la systole, et la partie bleue correspond à la diastole. Signaux recueillis par le groupe de Rennes, grâce à un débitmètre « Medistim » (http://www.medistim.com). Cet appareil mesure la différence de marche entre deux signaux ultrasonores. Le logiciel qui lui est associé calcule aussi certains indices : Diastolic Filling (DF, en%, indicateur de remplissage diastolique, c'est-à-dire de bon fonctionnement du pont), Pulsatility Index (PI, indicateur d'une certaine stabilité de la mesure; doit rester < à 5), et Acoustical Coupling Index (ACI, indicateur de la qualité de la mesure; doit être le plus proche possible de 100%).

3. Le modèle électrique

Il est présenté Figure 3. Les vaisseaux collatéraux sont représentés par des résistances seulement (R_{coli}, i = 1 à 5) ainsi que les territoires capillaires en aval de chaque branche (R_{LADc}, R_{LCxc}, R_{RCAc}).

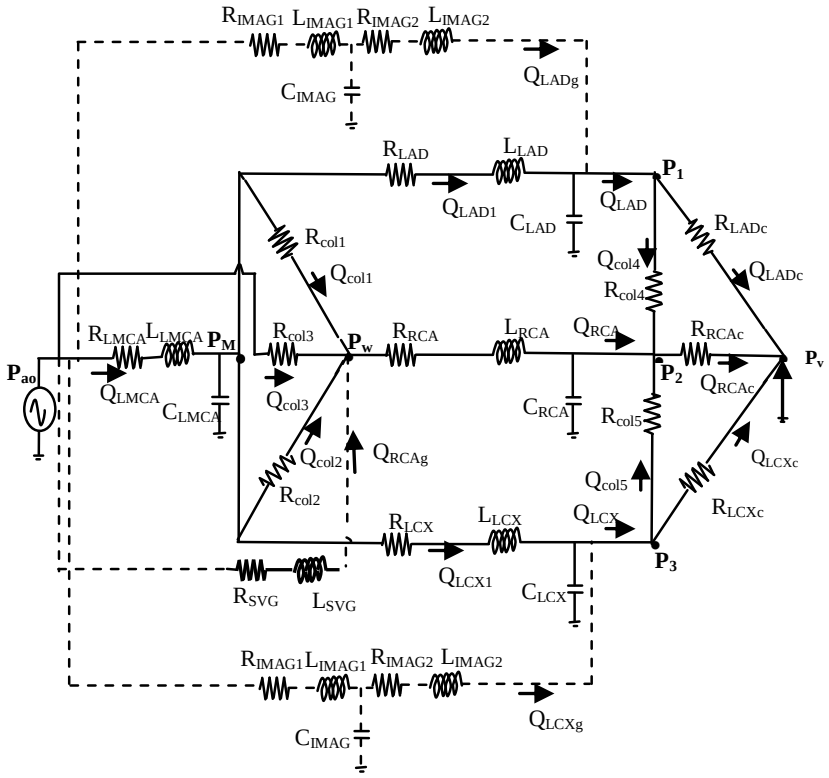


Figure 3. Modèle électrique proposé pour l'hémodynamique coronaire chez des patients présentant de fortes sténoses des branches gauches et une thrombose de l'artère droite. Les pontages sont représentés en traits pointillés.

Les artères principales (LAD, LCx, RCA) ainsi que les ponts gauches (IMAG – Internal Mammary Artery Graft) sont représentés par des résistances, des compliances (prenant en compte la capacité de stockage des vaisseaux) et des inductances.

Le pont droit est réalisé avec la veine saphène (SVG), qui, dans ces conditions, perd une grande partie de sa capacité de compliance ; elle est donc représentée seulement par une résistance et une inductance. La donnée d'entrée du modèle est la pression aortique, $P_{ao}(t)$, pour chaque patient et chaque situation chirurgicale (« 0G », « 1G », « 2G », « 3G »). Les résistances collatérales et capillaires sont spécifiques à chaque patient aussi. Elles sont déterminées à partir des mesures cliniques de pression et de débit: les mesures dans le cas (3G) servent à calculer directement les résistances capillaires, et R_{col} est ajustée grâce à des itérations successives du calcul jusqu'à temps de retrouver la valeur de pression P_w mesurée dans le cas (2G). D'autres paramètres du modèle sont déterminés à partir de valeurs de la littérature [1, 3] .

Le modèle fonctionne avec Simulink de MatLab et inclut donc la dépendance de toutes les quantités (pressions, débits, …) avec le temps. L'influence de la contraction du ventricule gauche y est reproduite aussi: pendant la phase de systole, le ventricule se contracte pour chasser le sang dans l'aorte; les artères coronaires sont comprimées, et les résistances périphériques augmentent; elles s'opposent à l'écoulement du sang dans les ponts [3]. Pendant la phase de diastole, le ventricule se détend, les résistances diminuent ; l'écoulement du sang dans les ponts se fait principalement pendant cette période-là.

Les simulations fournissent les valeurs des pressions et des débits dans chaque branche ou nœud du circuit, et donc, entre autres, les flux collatéraux..

4. Exemple d'une simulation détaillée pour un Patient

Ce Patient ne présente pas d'antécédent d'infarctus du myocarde, ni de diabète, ni d'implantation de stent antérieure. Sa Fraction d'Ejection Ventriculaire Gauche (FEVG) a été évaluée à 55% (cet index médical reflète la force de contraction du ventricule gauche et donc sa capacité à éjecter le sang dans l'aorte lors de la phase de systole).

La sévérité de ses sténoses est de: 88% sur la branche LMCA, 80% sur LAD et 88% sur LCx (Il s'agit de pourcentages de réduction de la section du vaisseau). L'artère coronaire droite est totalement occluse (réduction d'aire 100%).

Les mesures cliniques (valeurs moyennes sur plusieurs battements) obtenues pour ce Patient par les chirurgiens sont rassemblées dans la Table1.

	P_{ao}	P_v	P_w	Q_{LADg}	Q_{LCxg}	Q_{RCAg}
Cas (0G)	81	8	45	-	-	-
Cas (1G)	59	7	-	-	-	38
Cas (2G)	77	7	40	45	14	-
Cas (3G)	59	7	-	24	12	37

Table 1. Mesures cliniques réalisées en per-opératoire pour ce Patient. Les pressions sont en mmHg et les débits en ml/min.

Grâce à ces mesures, on calcule dans un premier temps les résistances capillaires et collatérale (en mmHg.s /ml) : $R_{LADc} = 91.86$; $R_{LCxc} = 235.97$; $R_{RCAc} = 83.82$; $R_{col} = 440$. Les paramètres du modèle étant ainsi adaptés à ce Patient particulier, les simulations fournissent les valeurs des débits et des pressions présentées dans la Table2.

	P_{ao}	P_M	P_w	P_1	P_2	P_3
Cas (0G)	81	70.72	38.22	62.77	38.16	64.06
Cas (1G)	58.96	53.67	58.82	48.45	58.66	50.02
Cas (2G)	76.95	74.28	39.98	72.6	39.92	74.46
Cas (3G)	58.96	57.77	58.83	56.25	58.68	57.6

	Q_{LMCA}	Q_{LAD1}	Q_{LADg}	Q_{LAD}	Q_{LCx1}	Q_{LCxg}
Cas (0G)	65.78	39.13	-	39.13	17.79	-
Cas (1G)	34.03	25.68	-	25.68	9.76	-
Cas (2G)	17.15	8.28	39.02	47.31	-0.48	22.35
Cas (3G)	7.66	7.49	24.35	31.84	0.46	12.26

	Q_{LCx}	Q_{RCA}	Q_{RCAg}	Q_{RCAc}	$Q_{col1, et 2}$	Q_{col3}
Cas (0G)	17.79	14.7	-	21.58	4.43	5.83
Cas (1G)	9.76	39.55	40.91	36.98	-0.7	0.02
Cas (2G)	21.86	14.4	-	23.57	4.68	5.04
Cas (3G)	12.72	37.47	37.72	36.99	-0.15	0.02

	Q_{col4}	Q_{col5}	Q_t			
Cas (0G)	3.36	3.53	71.61			
Cas (1G)	-1.39	-1.18	74.99			
Cas (2G)	4.46	4.71	83.57			
Cas (3G)	-0.33	-0.15	82.03			

Table 2. Résultats des simulations pour le Patient choisi ici ; les pressions sont en mmHg et les débits en ml/min.

Ceci permet d'obtenir plusieurs informations utiles pour une bonne prise en charge du Patient. Par exemple, l'analyse du cas (0G) (pas de ponts, situation pathologique initiale) montre que cette personne avait tout de même une assez bonne collatéralité (quelques ml/min dans chacune des branches collatérales); ce qui fait que le territoire en aval de sa coronaire droite recevait quand même environ 21-22 ml/min de sang (Q_{RCAc} du cas (0G)), malgré l'occlusion totale de cette branche en amont. L'amélioration apportée par la présence du pont droit est réelle, mais pas spectaculaire (Q_{RCAc} du cas (1G) et du cas (3G) sont de l'ordre de 37 ml/min). On note aussi que les flux dans les branches collatérales sont réversibles: si le gradient de pression change de signe, le flux collatéral peut s'inverser. Ceci est connu dans la littérature. Un autre point fait débat dans la littérature : la « compétition » entre flux dans les ponts gauches (quand ils existent, cas (2G) et (3G)) et flux dans les branches natives, Q_{LAD1} et Q_{LCx1}. Les résultats des simulations montrent que les flux dans les ponts (Q_{LADg} et Q_{LCxg}) deviennent prépondérants et les flux dans les branches natives deviennent faibles. Au point que ceci peut favoriser l'aggravation des sténoses sur les artères natives. Si par la suite, le Patient a un problème avec ses ponts gauches, la perfusion totale de son territoire gauche sera très critique [4].

A ce jour, les données cliniques et les simulations de 22 patients sont disponibles. Parmi ces 22 personnes, certaines présentaient des situations particulières: diabète, antécédent d'infarctus du myocarde, antécédent de pose de stents sur les branches LAD ou LCx (différents types de stents), [5]… Ces mesures et calculs constituent une petite banque de données à laquelle on peut comparer tout nouveau patient, avant intervention, de manière à mieux évaluer le pronostic de l'implantation des ponts envisagée pour lui.

5. Discussion

Le modèle développé est un modèle « 0D », basé sur l'analogie entre les réseaux électriques et hydrauliques. Il ne permet donc pas de connaître les champs de vitesse de manière détaillée comme c'est le cas pour les modèles « 3D » développés pour le système cardio-vasculaire en général par d'autres équipes. Par contre, il permet de prendre en compte plusieurs aspects qui sont importants chez les patients étudiés: la sévérité des sténoses ou thromboses des artères coronaires, l'influence d'un réseau collatéral plus ou moins développé selon les personnes, l'influence des pontages effectués. On trouve dans la littérature des publications traitant de l'influence de l'un de ces paramètres séparément, mais à notre connaissance, pas de travaux intégrant l'ensemble de ces facteurs.

6. Références

1. M. MAASRANI, I. ABOULIATIM, M. HARMOUCHE, J. Ph. VERHOYE, H. CORBINEAU, A. DROCHON « Patients' specific simulations of coronary fluxes in case of three-vessel disease», Jour. Biomed. Science Engin., Vol. 4, pp 34-45 (2011)
2. J. Ph. VERHOYE, I. ABOULIATIM, A. DROCHON, B. DELATOUR, Ch. LECLERCQ, A. LEGUERRIER, H. CORBINEAU « Collateral blood flow between left coronary artery bypass grafts and chronically occluded right coronary circulation in patients with triple vessel disease », Eur. Jour. Cardio-Thor. Surgery, Vol. 31, pp 49-54 (2007)
3. M. HARMOUCHE, A. ANSELMI, M. MAASRANI, Ch. MARIANO, H. CORBINEAU, J.Ph. VERHOYE, A. DROCHON « Coronary three vessel disease hydrodynamics : simulations including the time-dependence of the microvascular resistances », Advances in Biomechanics and Applications, Vol. 1, N°4, pp 279-292 (2014)
4. A. DROCHON, A. ANSELMI, M. HARMOUCHE, H. CORBINEAU, J. Ph. VERHOYE. "Coronary collaterals and graft failure". In « Coronary graft failure – State of the art », p 403-414, Edited by I.C. Tintoiu, M.J. Underwood, S.P. Cook, H. Kitabata, A. Abbas. Springer International Publishing. (2016).
5. A. ANSELMI, M. HARMOUCHE, J. Ph. VERHOYE, H. CORBINEAU, C. MARIANO, M. MAASRANI, A. DROCHON. « Increase of coronary microvascular resistances after recanalization with drug eluting stents". Computer Methods in Biomechanics and Biomedical Engineering, Vol. 17 (Supp.1), p12-13 (2014).

Intégration des capteurs aux structures mécaniques

Développement d'un capteur de pression in-situ

A.-S. CHIARELLI ([1]), D. BERTHELOT ([1]), D. OWCZAREK ([2]), J. PEDUSSEL ([2])

(1) CEA-CESTA, 15 avenue des sablières – CS 60001 – 33116 Le Barp Cedex
(2) LESCATE, Parc des reflets – Paris Nord 2 – 165, avenue du Bois de la Pie – B.P. 51231 – 95956 Roissy Ch. De Gaulle Cedex

Dans le cadre de ses activités, le CEA-CESTA souhaite développer un capteur actif de mesure de pression locale in-situ (ou pression de contact), entre un matériau polymère injecté entre deux demi coquilles épaisses en TA6V. L'idée est de réaliser des zones amincies dans une des coquilles, zones à dimensionner pour qu'elles se déforment sous l'action de la pression, dans la gamme attendue (cf. Figure 1). Des jauges placées à l'intérieur des coquilles viendront mesurer la déformation ainsi créée et permettront de remonter à la valeur de la pression.

Un prototype simple constitué d'un puits circulaire a tout d'abord été dimensionné à partir de calculs éléments finis paramétrés (Abaqus/Standard + Isight). L'étude de sensibilité à trois paramètres liés à la géométrie a permis de proposer une première configuration avec des zones amincies de 10 mm de diamètre. Cette dimension permet de disposer, physiquement, des jauges de déformation à l'intérieur du puits. La société LESCATE a proposé, instrumenté et testé deux options, l'une où le capteur est usiné dans la masse des coquilles, l'autre où ce dernier est vissé a posteriori dans la coquille. Cette deuxième solution permettrait de positionner la jauge avant insertion et rendrait ainsi l'instrumentation plus aisée, modulable et remplaçable en cas de dysfonctionnement.

On présente ici l'étude de dimensionnement, les résultats obtenus avec les deux options ainsi que les développements envisagés.

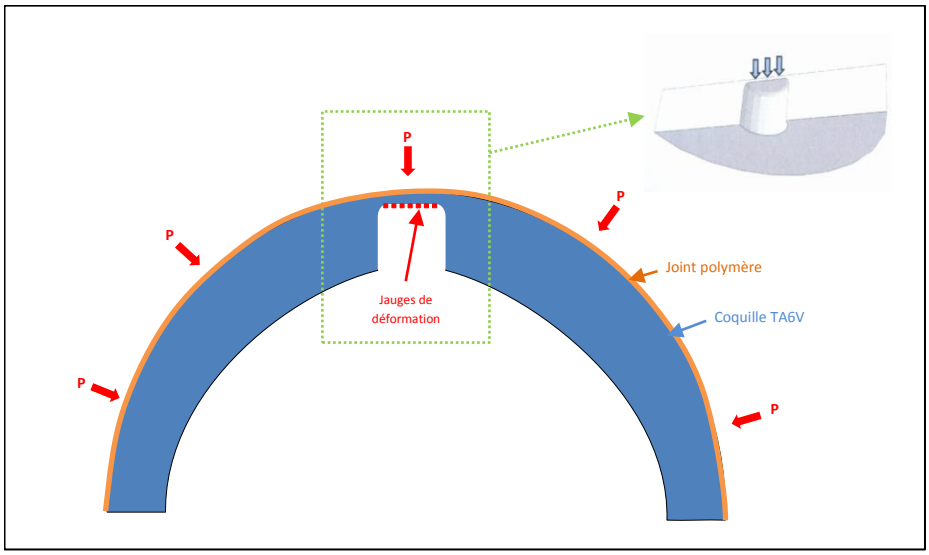


Figure 1. Principe de fonctionnement du capteur de pression

Caractérisation d'un gradient de déformation par mesure distribuée à l'aide d'une fibre optique

Karim Mharsi, Shirley Prado De La Cruz, Pascal Casari, Jamal Fajoui

Laboratoire GeM-E3M UMR CNRS 6183
IUT de Saint-Nazaire, 58 rue Michel Ange 44600 SAINT-NAZAIRE

1. Introduction :

Historiquement, les jauges de contrainte à résistance électrique conventionnelles ont été largement utilisées pour mesurer les déformations d'origine mécanique ou thermique. Les nouvelles technologies emploient de plus en plus les fibres optiques [1,2]. L'une d'entre elles est plus spécifiquement employée ici : il s'agit de la diffusion Rayleigh avec un système «ODiSI B» de Luna Innovations. A l'aide de ce dispositif, il est possible de relever des déformations à la fois statiques et dynamiques avec des taux d'échantillonnage allant jusqu'à 250 Hz sur des longueurs de détection allant jusqu'à 20 m [3]. Néanmoins, cette méthode d'instrumentation peut présenter des limitations dans la caractérisation de gradients importants de déformation. Cette question est approfondie ici à l'aide d'essais mécaniques et de modèles numériques par éléments finis.

2. Principe de fonctionnement

L'instrumentation avec un capteur à fibres optiques consiste à implanter les fibres optiques dans la structure, configurer le capteur, interroger l'éprouvette pour acquérir les valeurs de l'information et finalement traiter et interpréter les données. La mesure de la déformation longitudinale ε peut classiquement se fait à l'aide d'un réseau de Bragg, il suffit alors de déterminer le décalage de la longueur d'onde de Bragg :

$$\frac{\Delta\lambda_B(\Delta T, \varepsilon)}{\lambda_B} \leq k_{\Delta T}\Delta T + k_\varepsilon \varepsilon$$

Dans ce travail, nous avons choisi d'utiliser un interrogateur "ODiSI-B Luna". Cette machine interroge simultanément des centaines d'emplacements de détection par mètre sur une seule fibre optique à une vitesse allant jusqu'à 250 Hz. La figure suivante présente la liaison entre l'éprouvette sur laquelle on a collé la fibre et l'unité d'acquisition.

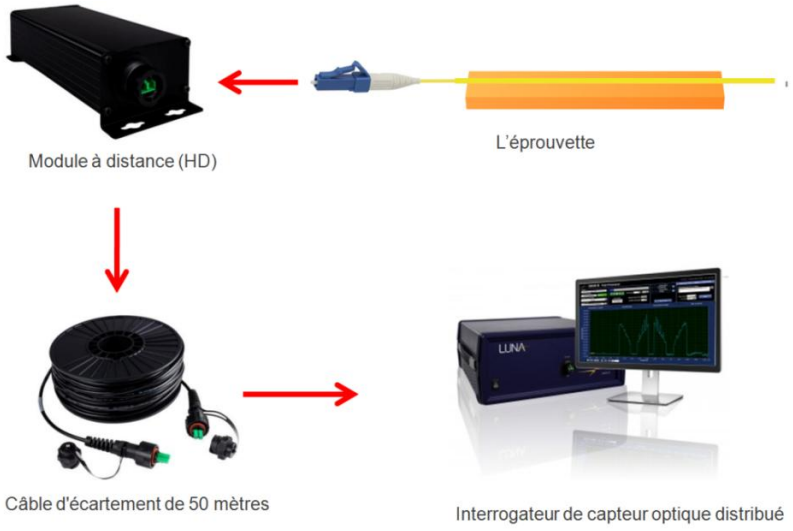


Figure 1. Branchement du capteur avec l'ODiSI-B

3. Effet du gradient de déformation sur la fiabilité de la méthode d'instrumentation avec les fibres optiques

Soumis à des conditions de chargement particulières, les valeurs de déformations issues des capteurs à fibres optiques peuvent présenter des allures singulières (coupures de signal, gradients…). Nous avons remarqué dans de précédentes études que ces anomalies de mesure sont fréquentes dans les zones qui présentent des variations brusques et élevés des valeurs de déformation dues au concentrations de contraintes [4,5,6]. Pour suivre les gradients de déformations et leur influence sur la précision de cette méthode d'instrumentation, nous avons choisi de travailler sur des éprouvettes en acier de forme rectangulaire 600x45mm d'épaisseur 2mm avec un rétrécissement différent au milieu de chacune.

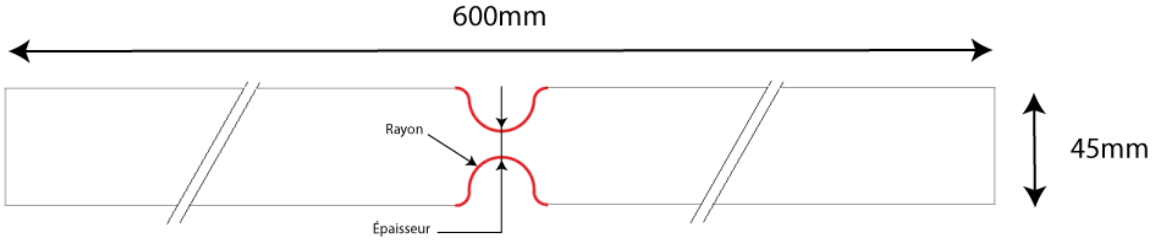


Figure 2. Dimensions de l'éprouvette de test

La modification du rayon et de l'épaisseur du rétrécissement permettent de contrôler le niveau de concentration des déformations dans le but de varier les gradients de déformations. La fibre optique est collée sur la ligne moyenne de l'éprouvette des deux côtés. Avant de procéder aux essais, une série de simulations numériques par la méthode des éléments finis sur «Abaqus» a été effectuée dans le but de sélectionner les dimensions des éprouvettes à usiner. Nous avons utilisé des éléments cubiques linéaires à usage général avec intégration réduite «C3D8R». Le mouvement de traction est traduit par un blocage du déplacement en X d'un coté et application d'un effort sur l'autre coté.

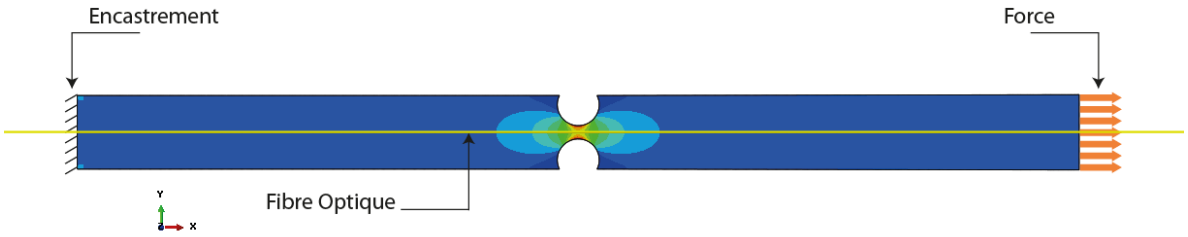


Figure 3. Modèle 2D de l'éprouvette et conditions aux limites

4. Références

1. Rogers, A., «Distributed optical-fibre sensors». Journal of Physics D: Applied Physics. 19: p. 2237 (1986).
2. P. Ferdinand, et al., «Applications of fiber Bragg grating sensors in the composite industry», MRS Bull. 27 (05) 400e407 (2002).
3. C. DAVISA, M. KNOWLESB, N. RAJICA, G. SWANTON, « Evaluation of a Distributed Fibre Optic Strain Sensing System for Full-Scale Fatigue Testing», 21st European Conference on Fracture, ECF21, Catania, Italy (2016)
4. A. BATENKO, et al., « Problems of fibre optic sensor application in weight-in-motion (wim) systems», The 11th International Conference "RELIABILITY and STATISTICS in TRANSPORTATION and COMMUNICATION (2011)
5. B. LEE, « Review of the present status of optical fiber sensors», Optical Fiber Technology 9 57–79 (2003)
6. M. PISCO, A. IADICICCO, « Fiber Optic Sensors: Perspectives and Challenges », The Open Optics Journal, 7, (Suppl-1, M1) 19-20 (2013)

Apport de la vibrométrie laser à balayage pour les expériences vibratoires au CEA-CESTA

M. Claeys, N. Lion

CEA/CESTA, 15 av. des Sablières, CS60001, 33114 Le Barp

1. Introduction

Depuis 4 ans, le CEA/CESTA utilise ponctuellement la vibrométrie laser à balayage pour identifier le comportement dynamique de maquettes d'essai. Cette présentation porte tout d'abord sur la mise en œuvre expérimentale de cette méthode de mesure de champs de vitesse, et de champs de déformation. Les résultats sont ensuite utilisés pour valider les modèles éléments finis. Plusieurs exemples de comparaisons essais-calculs sont donnés dans une seconde partie.

2. Mise en œuvre de la vibrométrie laser à balayage

La vibrométrie laser à balayage une méthode de mesure optique qui permet de mesurer la vitesse instantanée de points situés à la surface d'une structure. Elle se base sur l'effet Doppler qui modifie la fréquence du faisceau laser réfléchi par une surface en mouvement. Cette technologie a été utilisée au CESTA pour différentes mesures vibratoires qui sont détaillées ci-après.

2.1 Mesures de réponses vibratoires 1D sous excitation acoustique

Le CEA/CESTA s'est doté d'un moyen d'essai acoustique. Il est composé d'une chambre réverbérante dans laquelle se situent deux ensembles de douze haut-parleurs moyenne fréquence et cinq modules haute fréquence. Dans la configuration illustrée par la figure 2, l'objet en test est suspendu au centre de la chambre. Il est soumis à un champ acoustique diffus à large bande (100 Hz à 15 kHz) pouvant atteindre 135 dB.

Sur cette gamme de fréquence et à un tel niveau, certaines pièces d'un vibromètre laser seraient endommagées par l'excitation acoustique. C'est pourquoi la chambre a été dotée d'une « fenêtre » dimensionnée pour atténuer suffisamment le niveau acoustique tout en laissant passer les longueurs d'onde usuelles de fonctionnement. Sur la photographie de gauche de la figure 1, on retrouve la maquette suspendue au centre de l'image, une des deux sources acoustiques sur la gauche, et enfin un vibromètre laser 1-D scanning PSV-500-H derrière les vitres de protection.

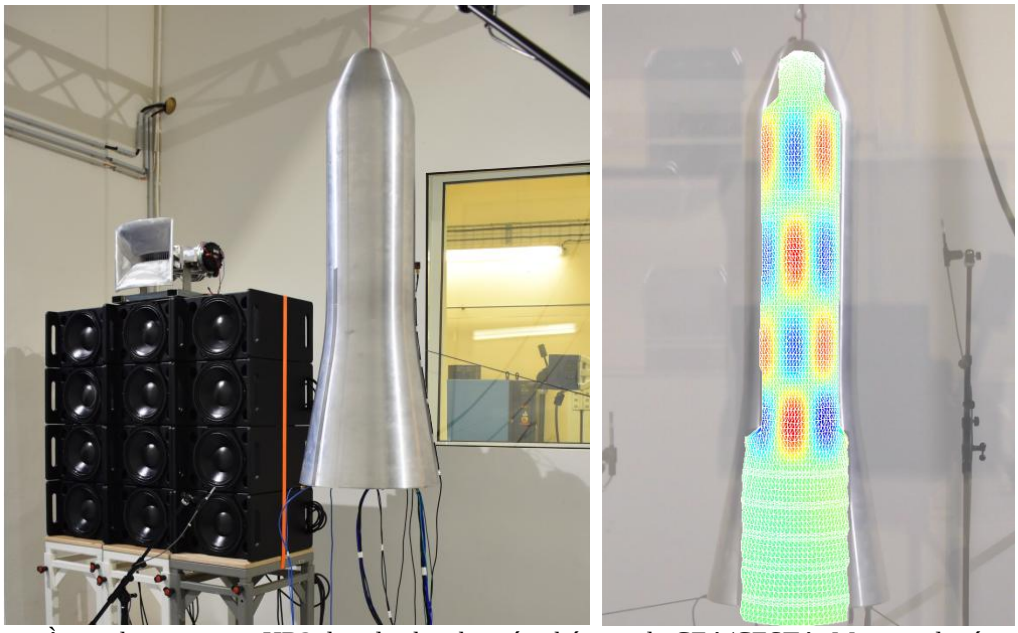


Figure 1. À gauche, maquette HB2 dans la chambre réverbérante du CEA/CESTA. Mesures de réponse par vibrométrie laser 1D derrière une fenêtre de protection. À droite, visualisation de la déformée vibratoire mesurée en réponse à une excitation acoustique sinusoïdale à 1805 Hz

La maquette d'essai est une pièce conique en aluminium d'environ 1m de longueur, dédiée à l'étude du comportement vibro-acoustique des structures, dont il s'agit de visualiser les déformés modales. L'utilisation du vibromètre laser 1-D à balayage a permis d'obtenir les résultats attendus sur une section d'environ 60°. Compte tenu du matériau de la maquette et de la qualité de l'usinage, un effet miroir nous a obligé à coller un adhésif rétro-réfléchissant pour obtenir un bon ratio signal/bruit.

Les fréquences d'excitation de la maquette en sinus fixe ont été choisies en réalisant un premier essai durant lequel la maquette est soumise à un bruit rose sur la gamme de fréquence 100-15000 Hz. L'acquisition des densités spectrales de puissance sur un nombre réduit de point (187) permet d'identifier les fréquences de résonance de la maquette.

L'image à droite de la figure 1 illustre les résultats obtenus sur un mode à 1805 Hz.

Sur cette épreuve, la maquette a été sollicitée par un sinus fixe à 1805 Hz et le laser a balayé 3138 points de mesure. Lors de la campagne d'essai, nous avons visualisé 24 modes de la maquette compris entre 140 et 3400 Hz.

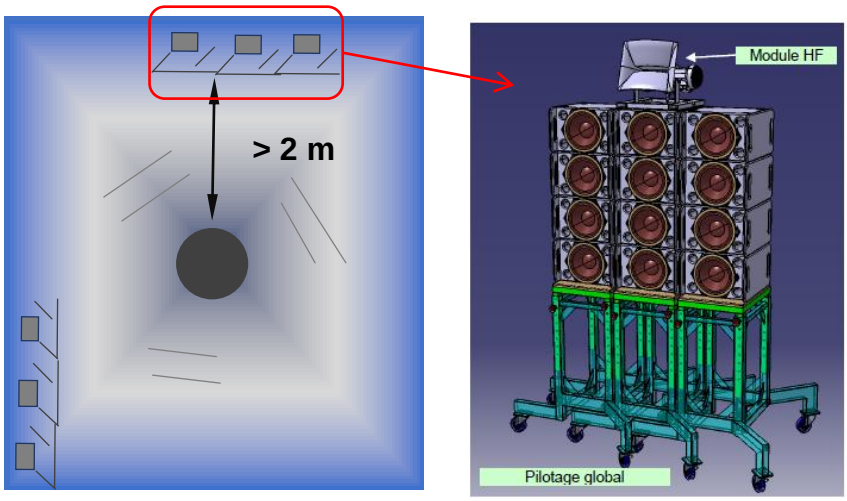


Figure 2. Schéma de la chambre acoustique et d'une source « haut-parleurs MF et HF »

2.2 Mesures de réponses vibratoires 3D

Un vibromètre laser mono faisceau permet de déterminer uniquement les vitesses instantanées dans la direction du faisceau. En mesurant simultanément la vitesse du même point de mesure selon 3 directions distinctes, on obtient un vecteur vitesse qui peut avoir une direction quelconque dans l'espace. En projetant ce vecteur dans une base orthonormale, on obtient une mesure de vitesse 3D. C'est le principe de la vibrométrie laser 3D commercialisée par Polytec. Cette technologie a été déployée au CEA/CESTA pour l'étude de la maquette « Harmony » dont la mise en œuvre est illustrée sur la figure 3. La maquette est excitée horizontalement par un vibrateur électrodynamique couplé à une table de translation. Les 3 têtes de mesure laser sont placées au-dessus de la maquette. Cette maquette est constituée d'un lest central et d'une enveloppe externe. Des lames de centrage sont attachées au lest central et en appui simple contre la paroi intérieure de la maquette [1]. Dans cette expérience, l'interface lame-enveloppe est étudiée afin d'observer, au cours d'une réponse vibratoire sinusoïdale, le glissement de la lame par rapport à l'enveloppe. Les points de mesures expérimentaux sont présentés sur la figure 3, et les résultats obtenus sont illustrés sur la figure 4. À l'instant t=5ms les deux lames observées ont un mouvement solidaire de l'enveloppe, alors que 0.82 ms plus tard on observe la mise en rotation de la lame de gauche par rapport à l'enveloppe. Il s'agit bien du phénomène de glissement recherché. Ce mouvement le long de la paroi intérieure de l'enveloppe ne peut être observé que par ces mesures 3D.

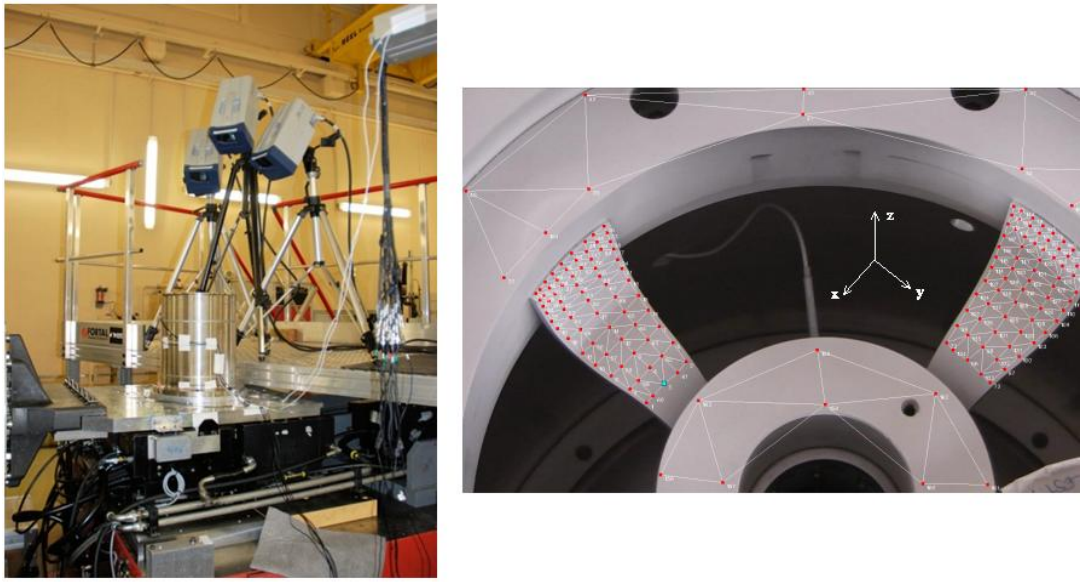


Figure 3. Mise en œuvre de la vibrométrie laser 3D pour les expériences « Harmony » [1]

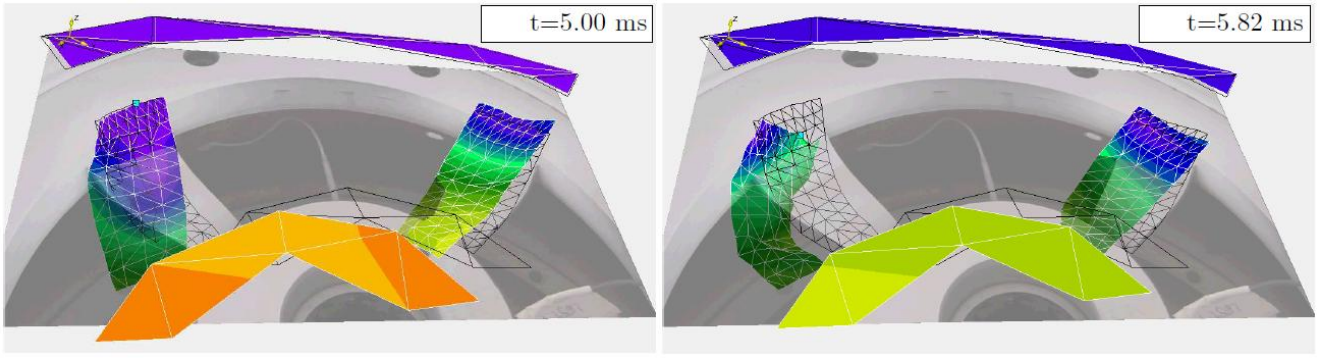


Figure 4. Visualisations des vitesses de déplacement instantanées en 2 instants séparés de 0.82 ms. On observe l'apparition du glissement en rotation de la lame de gauche entre ces deux instants.

2.3 Mesures de champs de déformation

En reprenant le principe de la vibrométrie laser 3D, en apportant le plus grand soin à la qualité de la mesure et en multipliant le nombre de points d'acquisition, il est possible d'extraire un champ de déformation des mesures ponctuelles de vitesse. Nous avons pu tester cette possibilité lors d'essais sur une maquette axisymétrique dans laquelle un lest est fixé à l'intérieur au tiers de sa hauteur. La maquette a été sollicitée transversalement par un vibrateur sur certains de ses modes notamment les deux premiers modes de coque. La présence du lest permet de générer de déformations plus marquées localement.

Le protocole que nous avons utilisé pour obtenir des résultats satisfaisants passe par :

- l'utilisation d'un revêtement externe mat sur la maquette pour augmenter le ratio signal/bruit,
- un alignement précis des têtes laser entre elles via une mire de référence (étalon géométrique)
- l'utilisation d'un maillage fin (12000 points de mesure) sur une surface réduite (autour de la zone du lest),
- le pilotage sur mode, en configuration « tracking de phase ».

Pour le dernier point, il a en effet été nécessaire d'adapter le pilotage pour rester sur le mode car, le temps d'acquisition étant assez long (>1h), un échauffement de la maquette dû au moyen d'essai a fait glisser le mode de quelques Hertz. On retrouve sur la figure 5 les résultats obtenus sur les premiers modes de coques autour de la zone de surcontrainte liée à la présence du lest ainsi qu'une photo du lest interne.

Ce genre d'étude sera désormais mené en phase d'identification pour cibler les zones de forte déformation avant d'instrumenter en jauges d'extensométrie les maquettes qui seront sollicitées à forts niveaux.

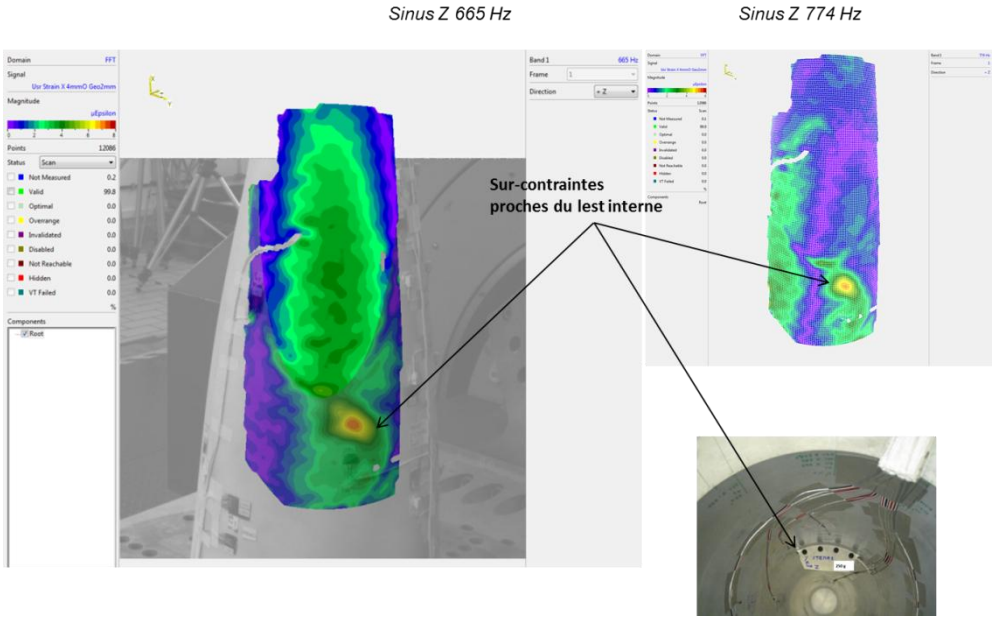


Figure 5. Résultats des mesures de champ de déformations du premier (à gauche) et du second (à droite) modes de coque sur la maquette conique. En bas à droite, une photographie du lest à l'intérieur de la maquette

3. Validation de modèles

Depuis une dizaine d'années, le CEA/CESTA a mis en place une démarche de standard de simulation pour les études mécaniques et thermiques. Cette approche nécessite une validation expérimentale des choix de modélisation par des expériences dédiées. Les mesures présentées dans ce paragraphe contribuent à cette validation pour les environnements vibratoires.

3.1 Corrélation des mesures de champs de vitesse avec la simulation

La mesure de vitesse par vibrométrie laser peut être utilisée de la même façon qu'une mesure par accéléromètre. Pour une mesure ponctuelle, la réponse temporelle ou le spectre de réponse peut être comparé directement à la simulation.

La vibrométrie laser à balayage permet des mesures en un grand nombre de points. Au-delà des comparaisons essais-calculs point par point, les méthodes de comparaisons de champs de déformée sont pertinentes. Les meilleures mesures de déformée par vibrométrie laser à balayage sont obtenues avec une excitation sinusoïdale à fréquence fixe, comme celle présentée sur la figure 1. Comme la réponse mesurée est sinusoïdale, de fréquence connue, la réponse en chaque point se limite à une information d'amplitude et de phase. La réponse est ainsi exportée sous la forme d'un vecteur complexe de réponse $\boldsymbol{\Phi_{exp}}$. Ce vecteur réponse peut être comparé au même vecteur réponse obtenu en simulant la réponse du modèle à la même fréquence d'excitation $\boldsymbol{\Phi_{num}}$. En se plaçant à une fréquence de résonance, le vecteur de réponse numérique peut être très semblable à un mode propre de la structure. Cependant, il convient de préciser que les vecteurs réponses mesurés à la résonance sont a priori différents des modes propres : plusieurs modes peuvent contribuer à la réponse, même en se plaçant à une fréquence de résonance. On peut comparer les vecteurs $\boldsymbol{\Phi_{exp}}$ et $\boldsymbol{\Phi_{num}}$ en forme et en amplitude. Le critère DAC (Displacement Assurance Criterion), disponible dans le logiciel Femtools, permet de comparer les formes [2] :

$$\mathrm{DAC} = 100\,\frac{\left|(\boldsymbol{\Phi_{exp}}^{*})(\boldsymbol{\Phi_{num}})\right|^{2}}{\left|\boldsymbol{\Phi_{exp}}\right|^{2}\left|\boldsymbol{\Phi_{num}}\right|^{2}}$$

Le critère DSF (Displacement Scale Factor), également disponible sous Femtools, permet de comparer les amplitudes [2] :

$$\mathrm{DSF} = \frac{\left|(\boldsymbol{\Phi}_{\mathbf{exp}}{}^{*})(\boldsymbol{\Phi}_{\mathbf{num}})\right|}{\left|\boldsymbol{\Phi}_{\mathbf{exp}}\right|^{2}}$$

3.2 Identification d'un seuil de glissement

Les expériences de vibrométrie laser 3D sur la maquette Harmonie, présentées dans la partie 2.2, ont permis de caractériser le phénomène de frottement et d'identifier un seuil de glissement. Il s'agit d'un phénomène vibratoire non-linéaire car, au sein d'un cycle d'oscillation, l'interface lame-enveloppe est parfois accrochée et parfois glissante en rotation. La vibrométrie laser a permis tout d'abord de montrer visuellement que le glissement se déclenche tout d'abord en rotation (voir figure 4). Elle a également permis de déterminer l'instant de déclenchement de la rotation est directement lié au seuil de glissement (en force).

La modélisation vibratoire non-linéaire du système est présentée dans l'article [1]. Elle utilise un seuil de glissement en rotation. Sur la figure 6 sont tracées les évolutions temporelles des vitesses de rotation du sommet de la lame et de l'enveloppe. On observe une alternance de phases d'accroche et de glissement. Pendant l'accroche, la vitesse de rotation de la lame est presque nulle et égale à la vitesse de rotation de l'enveloppe. Lors du glissement, la rotation de la lame est très grande par rapport à celle de l'enveloppe. Une fois le seuil de glissement identifié, la durée de chaque phase est identique entre la simulation et la mesure.

La figure 6 permet également d'observer un phénomène étonnant d'oscillations pendant les phases de glissement. Ce phénomène est dû à une interaction modale entre le mode transverse principal de la maquette à 135 Hz et un mode de pompage de la lame à l'harmonique 13 (13x135 = 1755 Hz). La figure 6 illustre que cette interaction est prise en compte par la simulation vibratoire non-linéaire [1]. Pour cette étude, les mesures par vibrométrie laser ont permis de caractériser le frottement vibratoire et de mettre en évidence une interaction modale inattendue a priori. Ces deux éléments ont été essentiels pour valider la modélisation vibratoire non-linéaire.

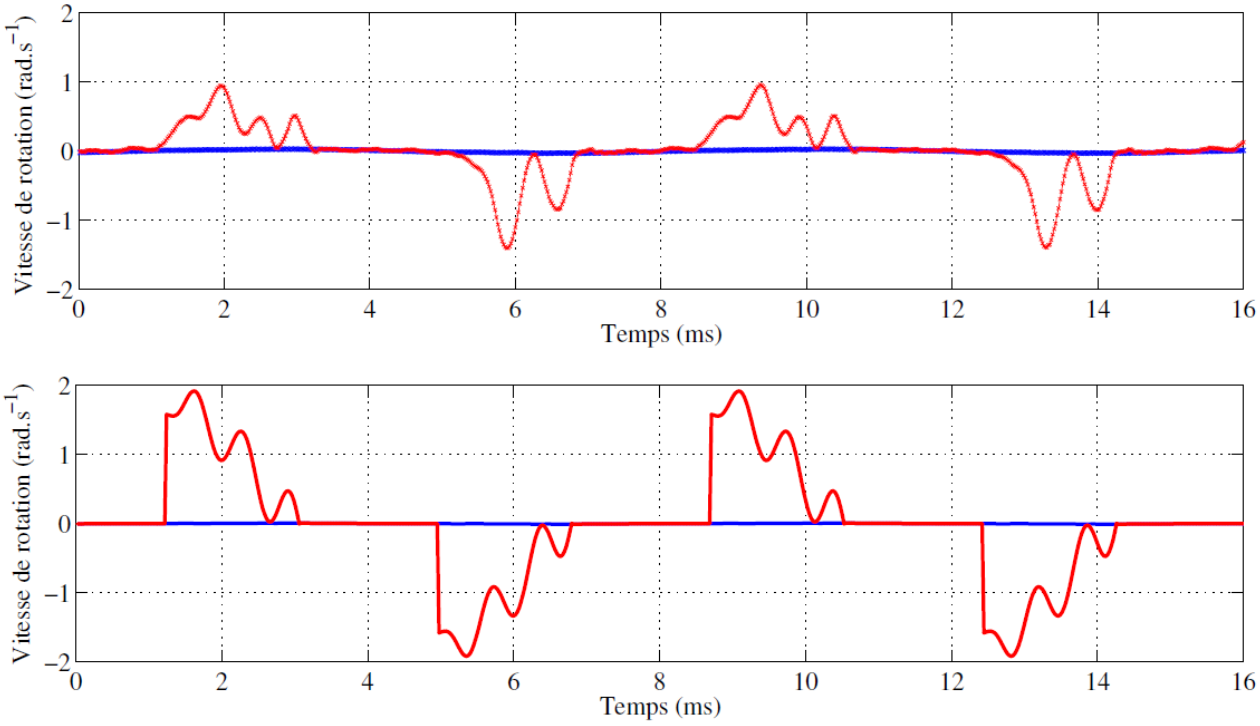


Figure 6. Pour l'expérience « Harmonie » introduite en partie 2.2, mouvements de rotation mesuré (haut) et simulé (bas) de la paroi de l'enveloppe (courbe bleue) et de la lame (courbe rouge).

3.3 Corrélation des mesures de champs de déformation avec la simulation

Les champs de déformations mesurés par vibrométrie laser 3D ont également vocation à valider des modèles de simulation. De même que pour les mesures de vitesse, les mesures de déformation peuvent être comparées à la simulation point par point. Pour réaliser des comparaisons de champs directement, des outils similaires au DAC et au DSF introduits en partie 3.1 pourraient être utilisés mais, actuellement, ils ne sont pas disponibles dans Femtools. Ainsi, pour le moment, les mesures de champs de déformation se comparent à la simulation de manière visuelle comme l'illustre la figure 7. La bonne ressemblance entre les champs de déformation mesurés et calculés est complétée par la comparaison de valeurs ponctuelles. De plus, dans ce cas particulier, avec une concentration de contraintes en un point, la position de ce maximum expérimental peut être comparée avec la position du maximum de la simulation. Même s'il y a encore un manque d'outils de traitement pour ces comparaisons essais-calculs, ces mesures de champs permettent de nouvelles analyse qualitative et quantitative pour évaluer la capacité des simulations à prédire les déformations dynamiques.

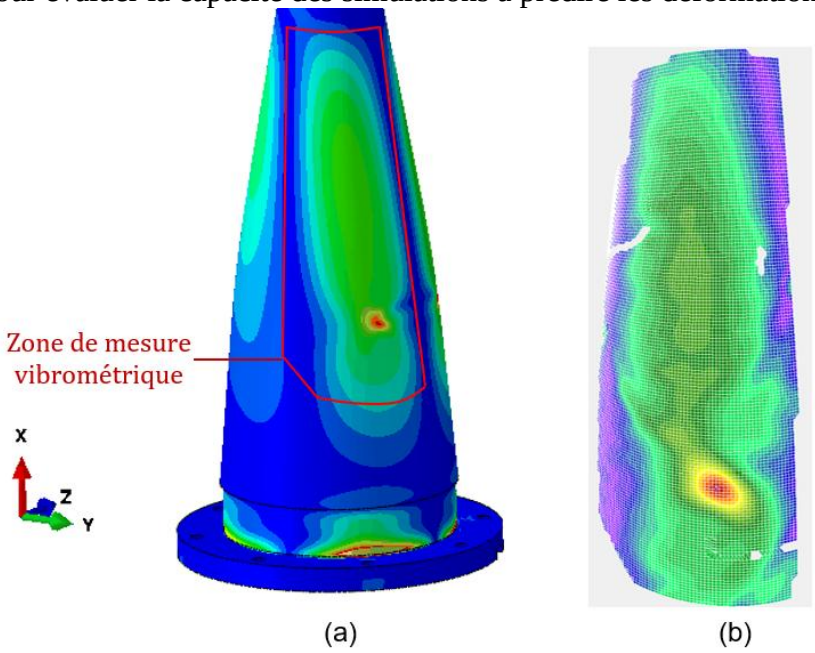


Figure 7. Comparaison entre les champs de déformations mesurés et simulés sur la maquette conique, pour une excitation sinusoïdale à la fréquence de résonance du premier mode de coque de la maquette.

4. Conclusion

Depuis 2014, le CEA/CESTA utilise la vibrométrie laser à balayage pour compléter les diagnostics expérimentaux traditionnels mis en place au cours d'essais vibratoires. Trois utilisations différentes ont été présentées : la vibrométrie laser 1D pour des mesures de réponses vibratoires en chambre acoustique, la vibrométrie laser 3D pour caractériser les phénomènes de frottement et la mesures de champs de déformation par vibrométrie laser 3D. Chaque cas d'utilisation permet d'enrichir les modèles de simulation développés.

5. Références

1. M. CLAEYS, J-J. SINOU, J-P LAMBELIN and R. TODESCHINI, « Modal interactions due to friction in the nonlinear vibration response of the "Harmony" test structure: Experiments and simulations», Journal of Sound and Vibration, Vol. 378, pp 131-148 (2016)
2. T. LAUWAGIE, J. GUGGENBERGER, J. STROBBE, and E. DASCOTTE "Model updating using operational data", in Proceedings of ISMA2010 including USD2010, pp 2669–2678 (2010)

Développement de capteurs acoustiques à ondes de surface pour le monitoring des structures en béton

Marc Duquennoy [(1)] ; Saliou Ndao [(1,2)] ; Christian Courtois [(2)] ; Mohammadi Ouaftouh [(1)] ; Mohamed Rguiti [(2)] ; Nikolay Smagin [(1)] ; Frédéric Rivart [(1)] ; Maurice Gonon [(3)] ; Grégory Martic [(4)] ; Christine Pélegris [(5)] ; Frédéric Jenot [(1)]

1 Univ. Polytechnique Hauts de France, CNRS, Univ. Lille, ISEN, Centrale Lille, UMR 8520 - IEMN, DOAE, F-59313 Valenciennes, France.
2 LMCPA, Campus universitaire de Maubeuge, Boulevard Charles De Gaulle, 59600 Maubeuge, France
3 Université de Mons, 20, place du Parc, B7000, Mons, Belgique
4 Centre de Recherche de l'Industrie Belge de la céramique, Av. du Gouverneur E.Cornez 4, 7000 Mons, Belgique.
5 LTI, UPJV, Campus Universitaire de St Quentin, 02100 Saint Quentin, France

Résumé :

Exploitées depuis des années pour la réalisation de filtres électroniques et notamment dans nos téléphones portables, les ondes acoustiques de surface, SAW (Surface Acoustic Wave) sont également utilisées dans des capteurs pour détecter des gaz, des polluants ou des pressions dans les pneumatiques des voitures par exemple. Dans le cadre du projet européen CUBISM, des capteurs d'humidité basés sur la technologie IDT (Inter Digital Transducer) pour la génération et la détection des ondes acoustiques de surface sont développés. Ces capteurs sont destinés à fonctionner à haute température (500°C) pour le suivi du séchage du béton réfractaire. Dans ce dernier cas en particulier, une évaporation brusque de l'eau lors des cycles de séchage risque d'exercer de fortes pressions au niveau des pores et par conséquent conduit à des risques d'endommagement de la structure. L'optimisation du cycle de séchage du béton doit être associée à des mesures physiques in-situ pertinentes (humidité, pression, température) et à de la modélisation thermomécanique. La disponibilité en temps réel de ces données physiques via des capteurs spécifiques intégrés dans le béton, est donc une clef pour un monitoring efficace du cycle de mise en œuvre. Ainsi, pour ce projet et ses contraintes spécifiques (coût modéré, mesure jusqu'à des températures élevées ($T \leq 500°C$)), il semble que les capteurs d'humidité basés sur des transducteurs interdigités à ondes acoustiques sont les plus à même de répondre au cahier des charges. Dans cette étude, les paramètres optimisés sont notamment la nature de la couche sensible à l'humidité, la nature du substrat piézoélectrique et enfin l'architecture du réseau d'électrodes.

Mots clef :

Capteur d'humidité ; Capteur SAW ; Onde acoustique de surface ; Capteur interdigité

1. Introduction

La surveillance et le contrôle de l'humidité est un facteur important dans le contrôle de différents environnements. En raison des propriétés uniques de l'eau, l'humidité influence grandement les organismes vivants et les matériaux [1]. Par conséquent, la mesure et le contrôle de l'humidité sont essentiels à de nombreux procédés de fabrication tels que ceux rencontrés dans les industries du textile, de la transformation des aliments, du papier, des semi-conducteurs et de la pétrochimie ainsi que dans les opérations de séchage. Les capteurs d'humidité ont fait l'objet de nombreuses recherches et plusieurs types de matériaux ont été utilisés pour la détection de l'humidité. Des oxydes métalliques, des polymères ainsi que d'autres matériaux composites sont utilisés comme couches sensibles à l'humidité [2,3].

Les capteurs d'humidité sont généralement développés en utilisant trois approches basées sur des mesures de résistance, des mesures de capacité électrique ou des mesures de résonance acoustique. Nous proposons une quatrième approche, un peu plus marginale, basée sur des mesures de temps de vol et d'amplitude d'ondes acoustiques de surface (Surface Acoustic Wave, SAW).

Compte tenu des contraintes spécifiques de mesure (coût modéré, mesure jusqu'à des températures élevées de 500°C), des capteurs SAW basés sur des transducteurs interdigités ont été choisis. Ce système de détection d'humidité consiste à générer les ondes acoustiques de surface via un transducteur dit interdigité (ou IDT pour InterDigital Transducer), puis à détecter ces ondes via un deuxième transducteur IDT. L'information sur la l'humidité proviendra de la perturbation des ondes de surface, au cours de leur propagation entre les IDTs émetteur et récepteur, par la présence d'un revêtement sensible à l'humidité.

La capacité d'un revêtement polymère poreux ou d'un oxyde pour détecter l'humidité est basée sur l'adsorption d'eau. La présence d'une couche adsorbant l'humidité à la surface réduit l'impédance totale de la couche du fait de l'augmentation de la conductivité ionique, et augmente la capacité du fait de la haute constante diélectrique de l'eau. Elle atténue l'amplitude et procure un retard sur le temps de vol des ondes acoustiques de surface en raison de la modification des propriétés élastiques de la surface. En général, les polymères hydrophiles microporeux sont les meilleurs matériaux considérés dans le cas des capteurs d'humidité de type résistance ou impédance pour des utilisations à température ambiante [4,5]. L'alcool polyvinylique (PVA) qui possède un groupement OH sur chaque atome de carbone de sa chaîne squelettique est largement utilisé comme couche hygroscopique notamment en résonance acoustique. Penza et Cassano [6] ont déposé une couche de PVA sur un substrat de quartz et ont pu effectuer des mesures d'humidité relative comprises entre 20 à 80%. Tang et al. ont étudié un capteur basé sur la résonance acoustique avec une couche de silice synthétisée par voie Sol-Gel mais la plage de sensibilité n'est que de 30% à 93% de RH à 25°C [7]. Compte tenu des températures à prendre en compte, nous avons ainsi testé une couche d'oxyde de silice sur un substrat de niobate de lithium avec des électrodes interdigités en or.

2. Caractéristiques des capteurs SAW et des revêtements

Le système de mesure de l'humidité relative est composé de deux capteurs SAW: un premier capteur SAW sur lequel est déposée une couche d'oxyde (sensible à l'humidité) et d'un second capteur SAW, dit de référence, sur lequel est déposée une couche de PTFE, téflon (insensible à l'humidité).

Les capteurs SAW sont constitués de deux transducteurs interdigités qui font face (émetteur-récepteur). Ces transducteurs sont constitués d'un substrat piézoélectrique de niobate de lithium et d'électrodes interdigités en or. La largeur de chaque doigt d'électrode égale à l'écart entre les doigts, est de 33 µm. La fréquence centrale de fonctionnement des deux transducteurs (émetteur et récepteur) est de 30 MHz (fig. 1).

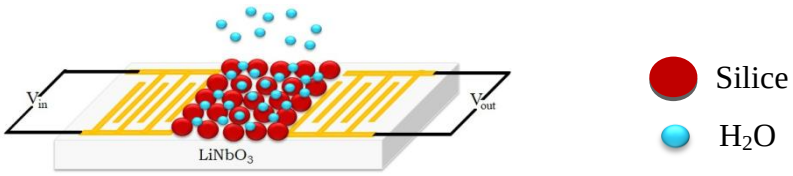


Figure 1 : Schéma d'un capteur SAW

Concernant la couche d'oxyde, les nanoparticules de silices ont été préparées par hydrolyse et condensation de TEOS dans l'éthanol et en présence d'ammoniac comme catalyseur [8]. Tout d'abord, une solution contenant des quantités appropriées d'éthanol absolu, d'ammoniac (32%) et d'eau distillée a été agitée pendant cinq minutes pour assurer un mélange homogène. Ensuite une quantité appropriée de TEOS est mélangée avec de l'éthanol et ajoutée à la solution (tab. 1). Le volume de solution de départ est ensuite ajusté avec de l'éthanol absolu et les réactions d'hydrolyse et de condensation se sont déroulées à température ambiante pendant 24h.

Réactifs	H_2O	NH_3	TEOS
Concentration (M)	1	0,2	0,2

Tableau 1: Paramètre de synthèse du sol de silice

Le Sol ainsi préparé est déposé sur la surface des électrodes ainsi que sur la surface les séparant par "dip-coating". Le capteur revêtu a subi ensuite un traitement thermique de 500°C pendant 4h. L'observation à la microscopie FEG montre que la couche déposée est constituée de particules nano sphériques de silice de taille uniforme (≈150 nm). La couche de silice ainsi déposée est poreuse avec une épaisseur d'environ 15 µm. L'observation de la surface en microscopie confocale a permis de mettre en évidence une rugosité apparente de cette couche de silice avec une variation extrêmement modeste (quelques dizaines de nm).

Concernant la couche de PTFE, elle est obtenue par pulvérisation d'un aérosol de PTFE du commerce. Elle est ensuite traitée à 200°C pendant une heure pour obtenir une couche hydrophobe parfaitement hydrophobe. Ce capteur de référence, parfaitement insensible à l'humidité, nous a permis d'éliminer toute perturbation exogène causée par la manipulation et les changements d'environnement humide (en particulier les variations de température qui peuvent affecter la réponse du capteur SAW). Le logiciel Matlab est utilisé pour collecter en temps réel le retard sur le temps de vol ainsi que les niveaux d'amplitude des deux capteurs SAW en fonction de la prise d'humidité (humidité relative, RH).

3. Chaîne de mesure et système de détection de l'humidité relative

Le système de détection d'humidité est composé de 4 parties (fig. 2). La partie I correspond au générateur de signaux à partir duquel une excitation de type burst est appliquée aux capteurs SAW. Cette excitation est constituée de 25 cycles sinusoïdaux avec une fréquence de 30 MHz et une amplitude de 10 Vpp, comme indiqué sur la figure 3 (a). La partie II correspond aux 2 capteurs SAW. La partie III est constituée d'une chambre climatique (Votsch, VC 4034) permettant de contrôler l'humidité relative et la température. Enfin la partie IV correspond au système d'enregistrement de données constitué d'un oscilloscope et d'un ordinateur.

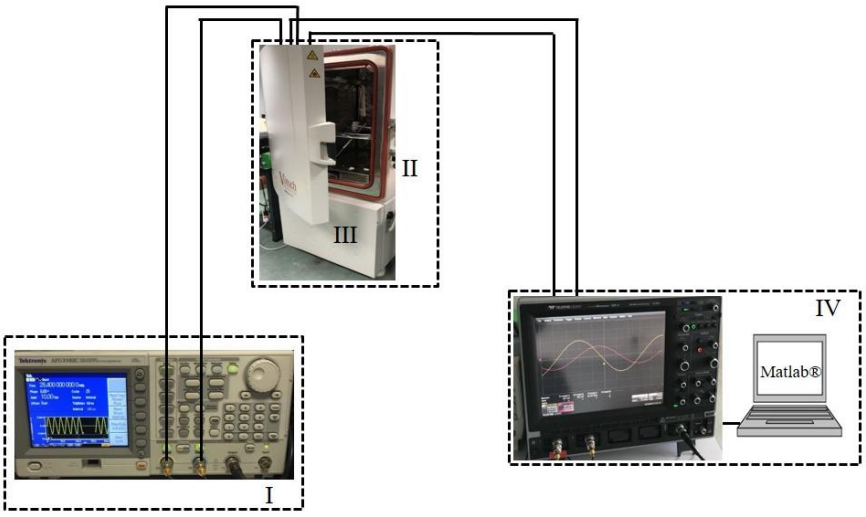
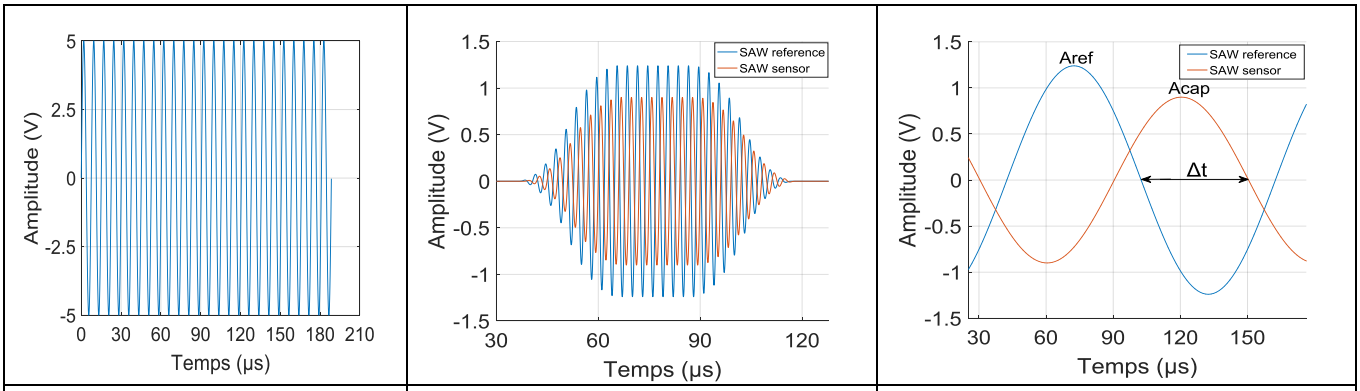


Figure 2 : Chaîne de mesure ; I : Générateur de fonction ; II : Capteurs SAW ; III Chambre climatique ; IV : Système d'enregistrement des données

La synchronisation des deux signaux issus des deux capteurs SAW sur l'oscilloscope a permis par la suite de suivre d'une part les variations d'amplitude du signal obtenues en sortie du transducteur récepteur (fig. 3(b)) et d'autre part, le retard sur le temps de vol du capteur référence par rapport au capteur d'humidité (fig.3(c)), en fonction de la prise d'humidité de la couche. L'ensemble de cette opération a été effectuée grâce à un programme développé sur le logiciel Matlab.



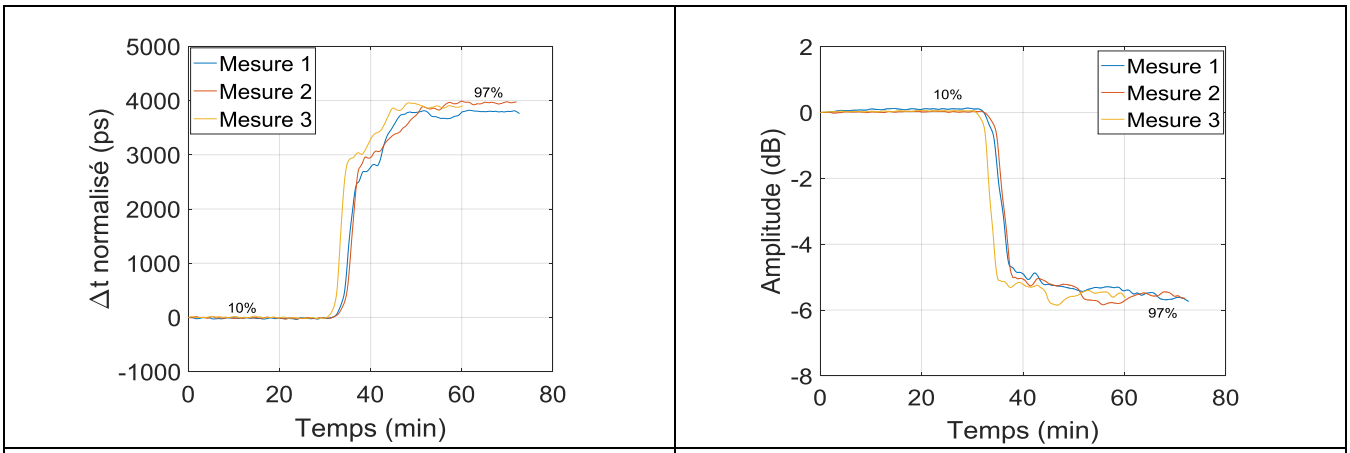
(a) (b) (c)

Figure 3 : Système de détection de l'humidité relative ; (a) : Excitation burst ; (b) : Synchronisation des signaux ; (c) : paramètres suivis en fonction de la prise d'humidité

4. Résultats et discussions

4.1. Sensibilité

Afin de quantifier la gamme de sensibilité, nous avons réalisé trois mesures sur toute la gamme permise par la chambre climatique, de 10% à 97%. Ces mesures sont réalisées à une température fixe de 30°C (fig. 4).



(a) (b)

Figure 4 : Plage de sensibilité des capteurs : retard sur (a) le temps de vol et (b) l'amplitude

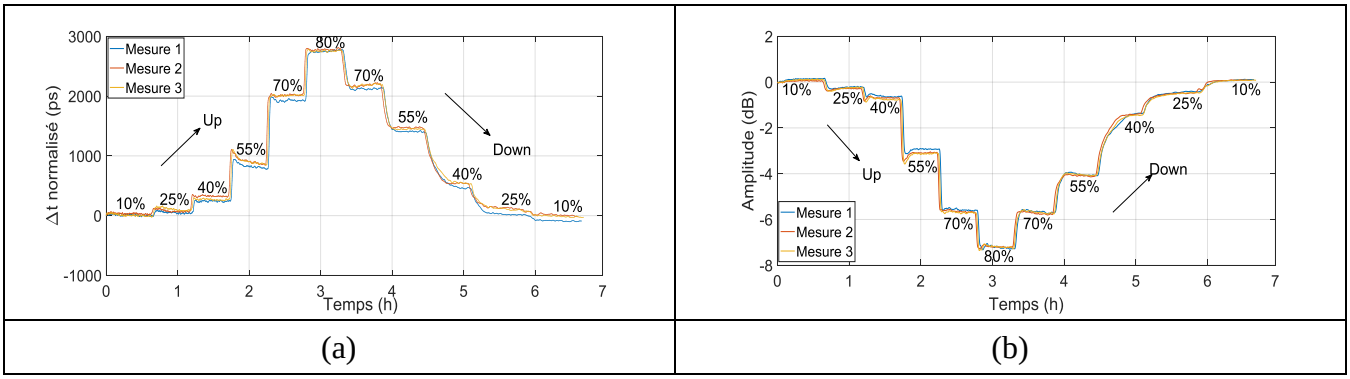
La prise d'humidité procure ainsi un retard sur le temps de vol et absorbe l'énergie acoustique des ondes de surface. La sensibilité (S) de ces deux paramètres est définie comme suit :

$$S = \frac{(\Delta t_{RHmax} - \Delta t_{RHmin})}{RH_{max} - RH_{min}} \quad (1)$$

Les sensibilités obtenues sont de 43 ps/1%RH et de 0,06 dB/1%RH pour le retard sur le temps de vol et l'amplitude respectivement.

4.2. Répétabilité, calibrage et hystérésis

Afin d'étudier la répétabilité des mesures, trois cycles en adsorption et désorption sont réalisés sur toute la plage de sensibilité avec un pas de 15% (fig. 5). Nous avons également réalisé les trois cycles avec un pas de 10% dans le but de rendre les courbes de calibrage et d'hystérésis plus fiables. Les temps de mesure sont maintenus à 30mn pour chaque taux d'humidité relative pour garantir la stabilité du niveau de l'humidité relative dans la chambre climatique et par conséquent l'uniformité de la valeur du paramètre suivi.



(a) (b)

Figure 5 : Répétabilité : retard sur (a) le temps de vol et (b) l'amplitude

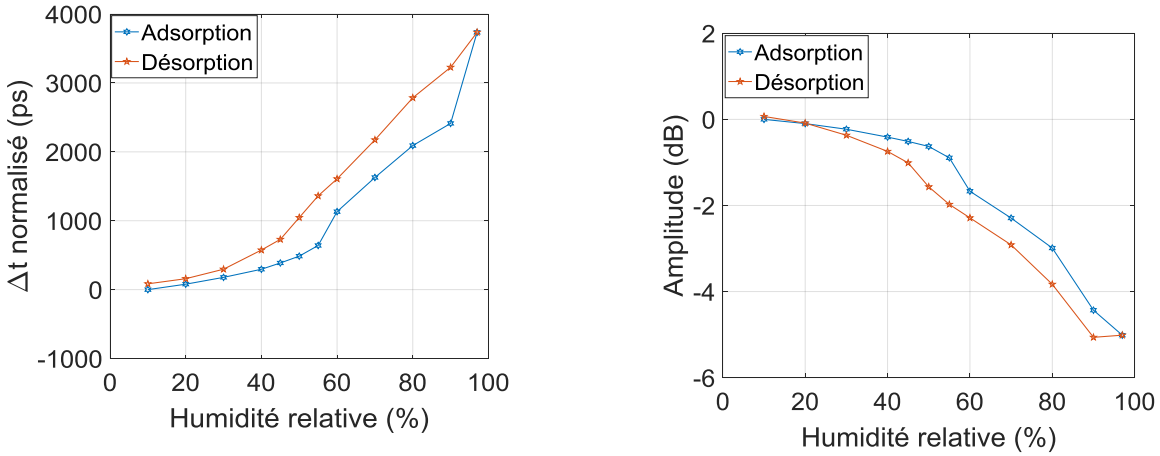
Nous avons estimé la précision des mesures à partir du calcul de l'écart type donné par la formule suivante :

$$\sigma_{n-1} = \frac{\sqrt{\sum_{i=1}^{3}(x_i - \bar{x})}}{n-1} \quad (2)$$

Avec : - xi : la iéme valeur mesurée ;

- n : le nombre de mesures effectuées;
- $\bar{x}$: la moyenne des valeurs mesurées.

Les sensibilités ainsi que les cycles d'hystérésis sont représentés sur la figure 6.



(a) (b)

Figure 6 : Sensibilités et hystérésis du capteur SAW : sensibilité et hystérésis avec la mesure (a) du retard sur le temps de vol et (b) sensibilité et hystérésis avec la mesure sur l'amplitude

Nous avons aussi estimé l'écart type relatif (σ_r) qui est le paramètre le plus efficace pour exprimer la précision et la reproductibilité de la mesure [Zhang 2015].

$$\sigma_r = \frac{\sigma_{n-1}}{\bar{x}} * 100 \quad (3)$$

Nous avons également quantifié l'hystérésis (γ) qui est égal à :

$$\gamma = \pm \frac{\Delta(\Delta t_{RH}) * 100}{\Delta t_{RHmax} - \Delta t_{RHmin}} \quad (4)$$

Avec : $\Delta(\Delta t_{RH})$: Variation du retard pour une humidité relative donnée à la monté et à la descente ;

Δt_{RHmax}: Variation maximale du retard correspondant au plus haut taux de RH ;

Δt_{RHmin}: Variation minimale du retard correspondant au plus faible RH.

Les valeurs de répétabilité et d'hystérésis obtenues montrent que le suivi du retard sur le temps de vol en fonction de la prise d'humidité est plus précis que l'amplitude. En effet, la moyenne de l'écart type relatif sur toute la plage de mesure est de 0,71% et 16% pour le retard sur le temps de vol et l'amplitude respectivement. La moyenne de l'hystérésis est quasiment la même suivant les deux paramètres (≈11%).

5. Conclusion

Dans cette étude, nous avons développé un capteur d'humidité basé sur des ondes acoustiques de surface. Ce capteur est fonctionnalisé avec une couche hygroscopique de silice synthétisée par voie Sol-Gel. Le retard sur le temps de vol ainsi que le niveau de l'amplitude par rapport à un capteur de référence parfaitement identique mais hydrophobe. Nous avons ainsi observé une sensibilité dans la plage de 10% à 97% d'humidité relative à 30°C. Cette sensibilité est de 43 ps/1%RH et 0,06 dB/1%RH pour le retard sur le temps de vol et l'amplitude respectivement. L'écart type relatif montre que le suivi du retard sur le temps de vol en fonction de RH est plus précis que l'amplitude. L'hystérésis du capteur est de 11% en moyenne. Ce capteur est destiné à fonctionner jusqu'à 500°C. Aussi, des études du comportement du capteur en fonction de la température sont en cours.

6. Remerciements

Les auteurs remercient pour leurs soutiens, la région Hauts de France et l'Union Européenne (fonds FEDER) via le programme interreg V "CUBISM".

7. Références

[1] AMIN, M.N., HOSSAIN, M.A., AND ROY, K.C. 2004. Effects of moisture content on some physical properties of lentil seeds. *Journal of Food Engineering 65*, 1, 83–87.

[2] BAI, H. AND SHI, G. 2007. Gas sensors based on conducting polymers. *Sensors 7*, 3, 267–307.

[3] BLANK, T.A., EKSPERIANDOVA, L.P., AND BELIKOV, K.N. 2016. Recent trends of ceramic humidity sensors development: A review. *Sensors and Actuators B: Chemical 228*, 416–442.

[4] CASALBORE-MICELI, G., CAMAIONI, N., LI, Y., MARTELLI, A., YANG, M.-J., AND ZANELLI, A. 2005. Water sorption in polymer electrolytes: kinetics of the conductance variation. *Sensors and Actuators B: Chemical 105*, 2, 351–359.

[5] CHOI, K.H., SAJID, M., AZIZ, S., AND YANG, B.-S. 2015. Wide range high speed relative humidity sensor based on PEDOT:PSS–PVA composite on an IDT printed on piezoelectric substrate. *Sensors and Actuators A: Physical 228*, 40–49.

[6] PENZA, M. AND CASSANO, G. 2000. Relative humidity sensing by PVA-coated dual resonator SAW oscillator. *Sensors and Actuators B: Chemical 68*, 1, 300–306.

[7] TANG, Y., LI, Z., MA, J., ET AL. 2015. Highly sensitive surface acoustic wave (SAW) humidity sensors based on sol–gel SiO2 films: Investigations on the sensing property and mechanism. *Sensors and Actuators B: Chemical 215*, 283–291.

[8] STÖBER, W., FINK, A., AND BOHN, E. 1968. Controlled growth of monodisperse silica spheres in the micron size range. *Journal of colloid and interface science 26*, 1, 62–69.

Système de monitoring de l'humidité des bois de structure

Gaël Godi, Eric Fournely, Paul Quistin [(1)], Thierry Lamadon [(2)]

Université Clermont Auvergne, CNRS, SIGMA Clermont, Institut Pascal, F-63000 Clermont-Ferrand, France
(1) Groupe ANCO, ANCO Guadeloupe route de la Jaille, 97122 Baie Mahault
(2) Bureau Veritas Construction, 92937 Paris La Défense

1. Contexte

La définition des classes de service des bois dans le formalisme de l'Eurocode 5 se base sur leur taux d'humidité. Les cartes reliant ce taux aux conditions climatiques sont disponibles pour la métropole. Il n'en est pas de même pour les DOM [1]. Les projets Synergîle-Bois Duramhen 971 (FEDER Guadeloupe) et Bois Duramhen 972 (PACTE AP11) proposent un cadre méthodologique permettant de construire ces cartes d'humidité sur la base des courbes hygroscopiques du bois. Une campagne expérimentale d'une durée de 18 mois a été menée en Guadeloupe et en Martinique pour 100 sites, soit environ 240 éléments de structures bois existantes. Des mesures périodiques des paramètres de température ambiante, d'humidité relative de l'air et du taux d'humidité du bois ont été réalisées. La périodicité de ces mesures, effectuées par un opérateur, est d'environ 15 jours.

Le système de monitoring présenté a été développé et mis en place principalement dans le but de confirmer que cet intervalle de mesure est suffisant pour répondre aux objectifs des projets. Pour cela, les capteurs mis en place mesurent l'évolution des paramètres de température (T), d'humidité relative de l'air ambiant (RH) et d'humidité du bois (MC) avec une périodicité de mesure courte (1 heure). Ainsi, le suivi en continu permet d'évaluer les variations des paramètres à très court terme (variations dans la journée), aussi bien qu'à long terme (sur une période de plusieurs mois). Ce dispositif a été déployé sur deux des sites étudiés, et sur trois éléments de structure en bois dans chaque site.

2. Architecture du système de monitoring

Des dispositifs de suivi pour les paramètres évoqués précédemment existent dans le commerce. Par exemple, dans [2], les auteurs mettent en œuvre un tel système pour suivre l'évolution de l'humidité du bois de la structure d'un pont. Cependant les systèmes existants ont souvent un ou plusieurs des inconvénients suivants : présence de câbles de liaison entre les points de mesure et les modules conditionneurs de mesures ; enregistrement des données en mode « non connecté » ; algorithmes de calcul de l'humidité du bois mal documentés ; systèmes peu ou pas ouverts pour l'ajout de capteurs complémentaires. Pour s'affranchir de ces inconvénients, la décision a été prise de développer un système de monitoring spécifique aux besoins du projet d'une part, et ouvert aux évolutions pour des besoins futurs de monitoring dans le domaine du génie civil d'autre part (forces, déformations, déplacements, vibrations, etc.).

L'architecture du dispositif de monitoring (figure 1) a été construite sur un modèle classique pour la gestion d'objets connectés, à savoir : (i) un ensemble de capteurs ; (ii) des passerelles connectées à internet ; (iii) un stockage des données de mesures dans le « cloud » ; (iv) un accès aux données sécurisé et disponible depuis des postes de travail connectés à internet. Plusieurs contraintes ont guidé le développement du système. Tout d'abord, les éléments capteurs ont été conçus pour fonctionner sur batteries (absence de fils), ils communiquent par une liaison radio, et ils ont un format compact (10x5x5 cm) qui permet de les placer facilement sur des poutres de structure. L'autonomie des capteurs est de plusieurs mois pour une maintenance facilitée. Pour chaque site de mesure, une passerelle est nécessaire afin de faire le relais entre les éléments capteurs et l'infrastructure de stockage sur internet. Cette passerelle permet un stockage local des données, et prend en charge la synchronisation régulière des nouvelles données dans le « cloud ». La passerelle permet également d'horodater les mesures effectuées par les capteurs. Elle permet aussi de modifier la configuration des capteurs, à distance du site. Concernant le stockage des données dans le « cloud », les principaux fournisseurs d'espaces de stockage en ligne peuvent être utilisés. La visualisation et l'exploitation des mesures se fait actuellement

de deux manières complémentaires. D'un côté, des « tableaux de bord » sous forme de page web sont accessibles par un navigateur. Cela permet aux utilisateurs d'avoir une vue globale de l'état du système et des mesures à un instant t. Par exemple, les dernières mesures effectuées sont disponibles et l'état des batteries est affiché afin de prévoir les opérations de remplacements. D'autre part, l'exploitation des mesures se fait à l'aide de traitements automatisés effectués sur un ordinateur, pour : (i) le rapatriement des mesures stockées dans le cloud ; (ii) les post-traitements éventuels ; (iii) le calcul de statistiques par heure / jour / mois ; (iv) la production automatique de figures qui permettent de visualiser les évolutions des différents paramètres.

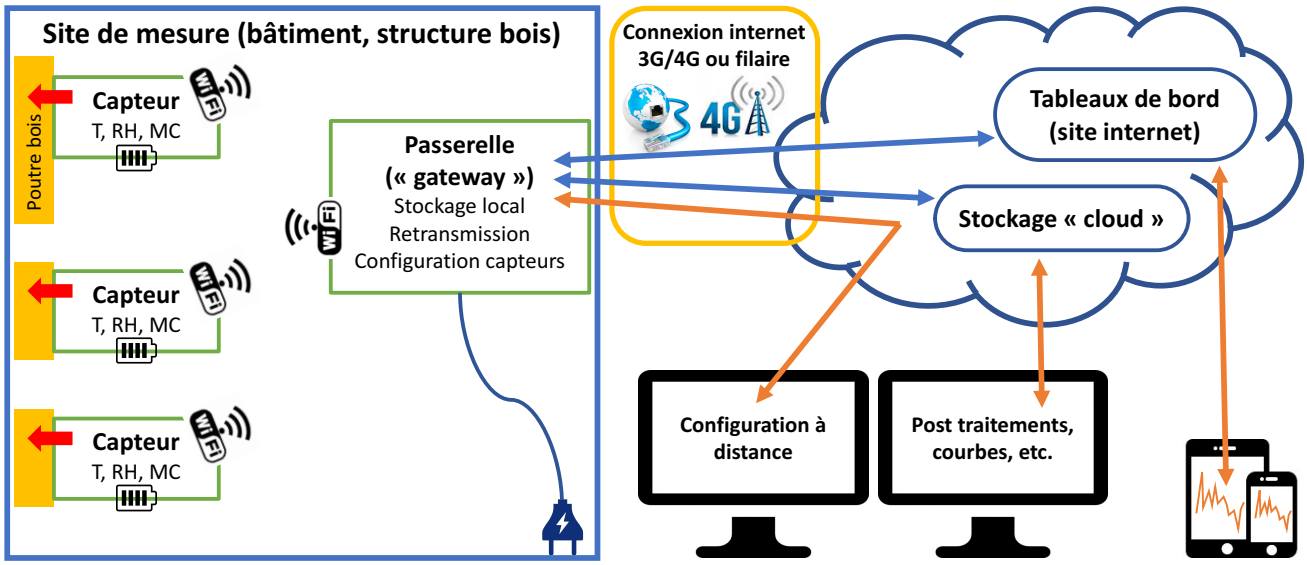


Figure 1. Architecture du dispositif de monitoring

Les différents composants du système (matériels et logiciels) ont été conçus et réalisés en se basant le plus souvent possible sur des briques matérielles ou logicielles existantes et open source afin de faciliter la maintenance, d'améliorer la stabilité du système et de permettre des évolutions. Les protocoles de communications et d'enregistrement de données ont été imaginés avec un objectif d'évolutivité et de simplicité.

3. Fonctionnement des capteurs d'humidité du bois

Les capteurs qui ont été développés dans le cadre du projet permettent de mesurer la température de l'air ambiant (T), le taux d'hygrométrie de l'air ambiant (RH), la température de surface du bois (Tb) ainsi que le taux d'humidité du bois (MC). La mesure du taux d'humidité du bois est basée sur le principe des humidimètres résistifs [3]. Chaque capteur mesure la résistance électrique (Rb) entre deux électrodes vissées dans le bois, et le taux d'humidité est déduit grâce aux relations MC = f(Tb, Rb). Les capteurs sont alimentés par des batteries et transmettent les mesures à une passerelle grâce à une liaison Wifi.

La figure 2 permet de visualiser les différents composants essentiels des capteurs. A gauche, la carte électronique inférieure supporte les batteries ainsi que les vis / électrodes qui permettent de mesurer la résistance électrique du bois (et qui ont également une fonction mécanique de fixation du capteur). Ces vis inox pénètrent le bois sur une profondeur de 11 mm et sont espacées de 25 mm, valeurs similaires à de nombreux capteurs d'humidité résistifs qui utilisent les abaques de [3] pour déduire le taux d'humidité du bois. La figure centrale montre la carte électronique supérieure et ses composants principaux : microcontrôleur ESP8266, convertisseur analogique/numérique (ADC), pont de Wheatstone, relais de calibration. Les 10 capteurs fabriqués dans le cadre du projet sont à droite de la figure. Les boitiers des capteurs ont été fabriqués à l'aide d'une imprimante 3D. Les éléments de mesure de la température et de l'humidité relative de l'air (capteurs numériques d'entrée de gamme de type AM2302) sont vissés à l'extérieur du boitier et reliés au microcontrôleur.

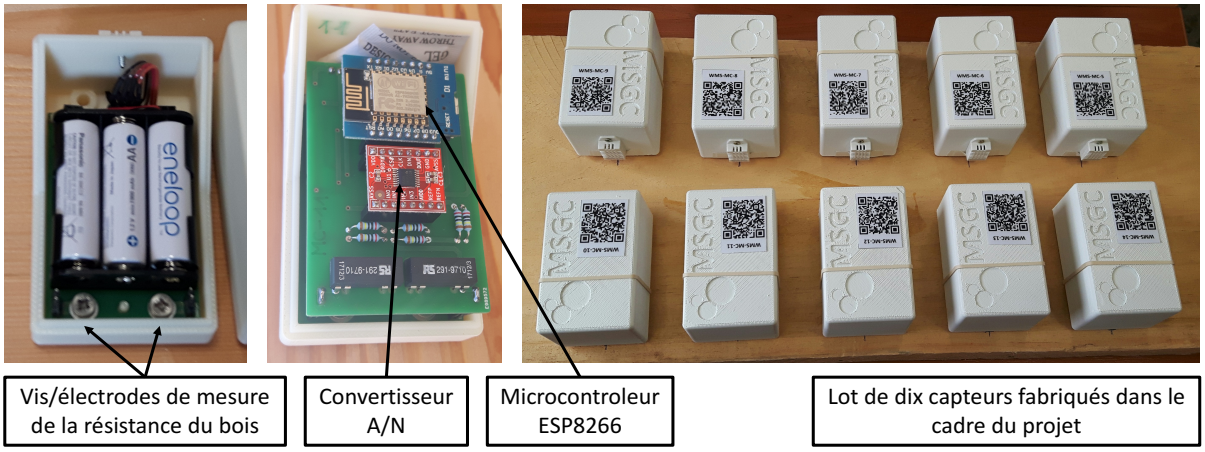


Figure 2. Capteurs d'humidité du bois : électrodes de mesure (à gauche), carte d'acquisition (au centre), capteurs fabriqués dans le cadre du projet Duramhen (à droite)

Le principe de la mesure de la résistance électrique du bois est le suivant : un pont de Wheatstone est déséquilibré par la mise en parallèle d'une des résistances du pont avec le circuit composé des deux vis fixées dans le bois. Deux relais permettent de faire des mesures de la tension aux bornes du pont dans différentes configurations : (1) le pont est à l'équilibre, sans perturbation ; (2) le pont est déséquilibré par la résistance du bois ; (3) le pont est déséquilibré par une résistance nulle. Ce processus en trois phases permet de corriger le « zéro » de l'ADC, ainsi que les effets de la température sur l'ADC et sur les résistances du pont de Wheatstone. Les tests effectués avec les capteurs réalisés ont montré que les mesures de résistance donnent une erreur inférieure à +/-5%, dans une gamme comprise entre 1 kΩ et 10 GΩ. Cette précision est obtenue sans qu'aucune calibration préliminaire du capteur ne soit nécessaire.

Le taux d'humidité du bois est déduit de la résistance électrique mesurée et de la température à partir d'abaques disponibles dans la littérature, par exemple [3]. La figure 3 illustre les courbes de corrélation entre résistance et taux d'humidité à 80°F utilisées pour les bois étudiés dans notre projet. Un autre abaque permet de corriger ce taux d'humidité en fonction de la température du bois.

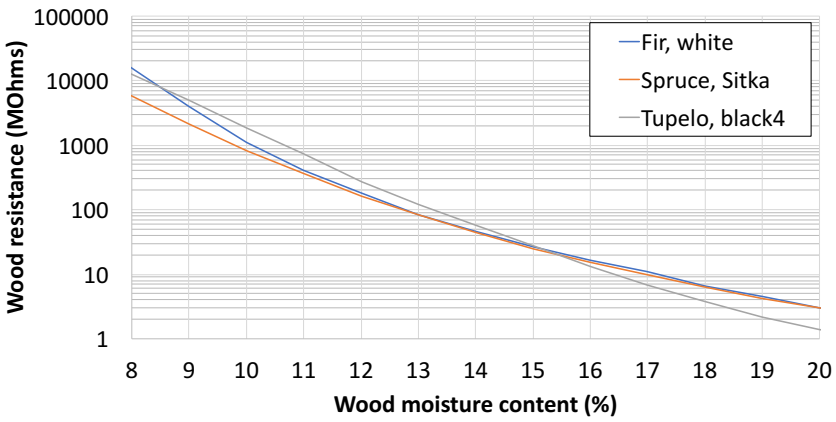


Figure 3. Relation entre le taux d'humidité du bois et la résistance électrique à 80°F, pour les trois essences de bois considérées sur les sites M000 et G000.

4. Déploiement du système sur deux sites

Deux sites de mesure ont été instrumentés : un en Martinique (M000, figure 4) et un en Guadeloupe (G000). Chaque site a été équipé avec 3 capteurs (3 éléments de structure sont suivis) et une passerelle de connexion à internet. La passerelle du site G000 bénéficie d'une connexion internet filaire (box internet) alors que le site M000 a été connecté à internet par une liaison 3G/4G. Le suivi des deux sites

a commencé en mars 2018, pour une durée envisagée d'un an afin d'obtenir les évolutions des différents paramètres pendant les 4 saisons. Les résultats présentés portent sur les 8 premiers mois.

Figure 4. Site M000. Vue d'ensemble (à gauche), passerelle (à droite)

Les mesures de température et d'humidité relative de l'air ambiant sont effectuées grâce à des composants commerciaux (AM2302) intégrés aux capteurs de monitoring de l'humidité du bois. L'étalonnage de ces éléments a été effectué en enceinte régulée, par des mesures comparatives avec un thermo-hygromètre de référence pour les paramètres T et RH. L'étalonnage a permis d'obtenir une précision de mesure de l'ordre de +/-0.5°C et de +/-2%RH. Lors des mesures sur site, une dérive progressive des composants de mesure d'humidité de l'air a pourtant été constatée. Pour mettre en évidence cette dérive, nous comparons les valeurs moyennes journalières de l'humidité relative de l'air mesurées par les capteurs de monitoring, avec les mesures fournies par la station météorologique de l'aéroport Aimé Césaire, située proche du site étudié (figures 5 et 6). On constate une bonne corrélation entre les valeurs de monitoring et les valeurs aéroport pour les 15 premiers jours, puis une dérive pour le paramètre RH. Ce phénomène est un problème classique rencontré pour les capteurs d'humidité d'entrée de gamme, dont la membrane sensible a tendance à se saturer en humidité lorsque le capteur est soumis à de forts taux d'humidité de façon répétée. Les mesures de températures fournies par le capteur sont quant à elles cohérentes, et sans dérive. Etant donné que les 15 premiers jours de monitoring ont permis de conclure qu'il était possible de s'appuyer sur les mesures T et RH de l'aéroport pour caractériser les conditions du site de mesure, nous avons choisi ces données comme référence dans la suite des analyses.

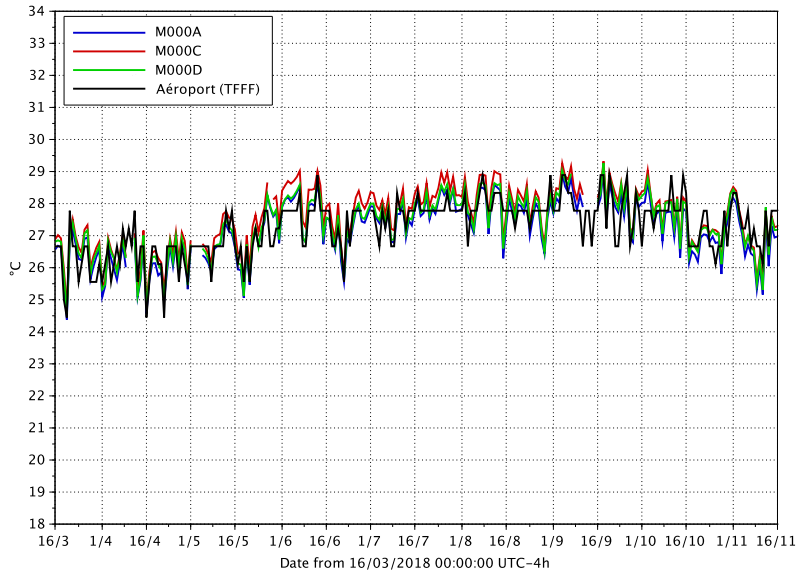


Figure 5. Température de l'air ambiant pour les 3 capteurs de monitoring du site M000, ainsi que pour l'aéroport Aimé Césaire (code TFFF). Valeurs moyennes journalières.

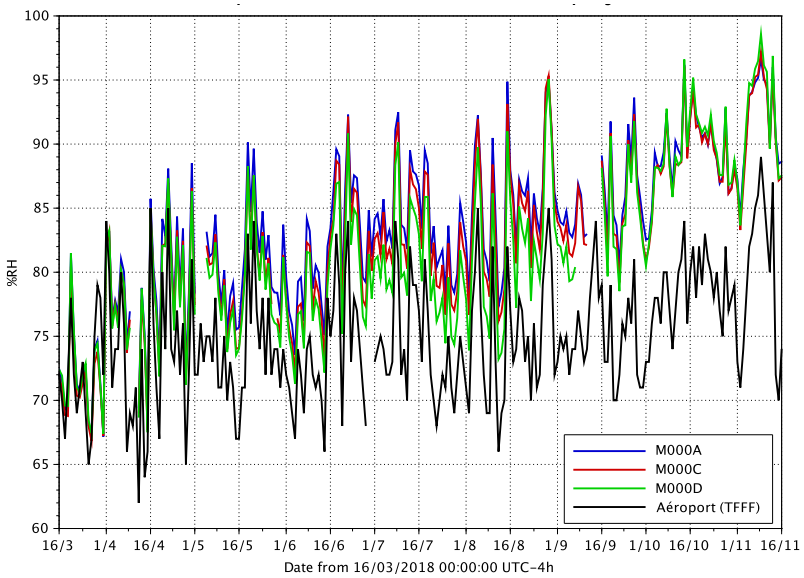


Figure 6. Humidité relative de l'air ambiant pour les 3 capteurs de monitoring du site M000, ainsi que pour l'aéroport Aimé Césaire (code TFFF). Valeurs moyennes journalières.

Le paramètre principal d'intérêt pour notre étude est le taux d'humidité du bois des structures étudiées, et son évolution au cours du temps. C'est pour ce paramètre qu'ont été conçus en premier lieu les capteurs de monitoring. Les mesures montrent des variations à très court terme (cycles de 24 heures) du taux d'humidité du bois, figure 7. Ceci est cohérent avec les fortes variations de l'hygrométrie ambiante. Ces oscillations ont une amplitude faible, de l'ordre de +/-0,5 point de pourcentage autour du taux d'humidité moyen journalier.

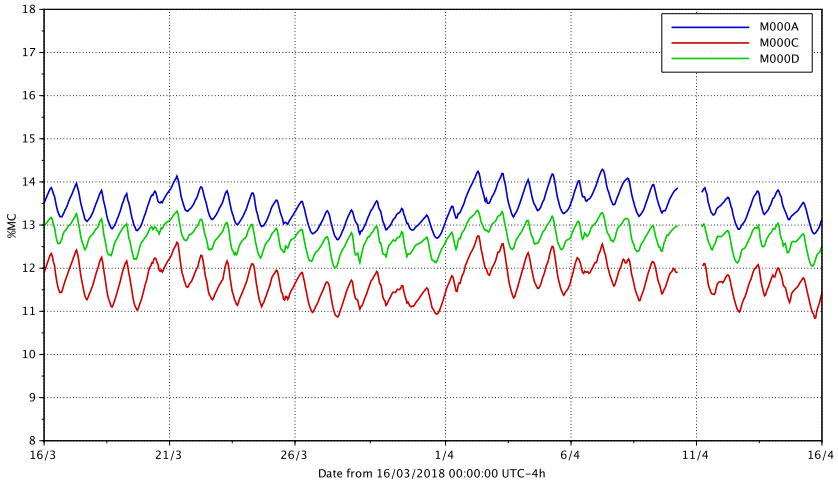


Figure 7. Evolution du taux d'humidité du bois des 3 poutres du site M000 (1 point par heure).

Afin de confronter l'évolution du taux d'humidité du bois avec les conditions imposées par l'air ambiant, il est possible de calculer une valeur notée « EMC » qui est le taux d'humidité à l'équilibre du bois soumis à un couple (T, RH). Ce paramètre peut s'obtenir à l'aide d'un abaque [4] qui donne la correspondance entre le couple (T, RH) et le taux « EMC » exprimé en %, en cohérence avec le taux d'humidité réel du bois. La figure 8 donne l'évolution pendant 8 mois, pour la poutre bois notée M000A, des paramètres suivants : (i) taux d'humidité du bois, avec 1 mesure par heure, noté MC_h ; (ii) moyenne journalière du taux d'humidité du bois, notée MC_{jM} ; (iii) taux d'humidité du bois à l'équilibre en valeur moyenne journalière, noté EMC_{jM}, obtenu grâce aux données de l'aéroport. Comme attendu, les tendances de variations sur plusieurs jours du taux d'humidité du bois sont cohérentes avec les valeurs théoriques EMC. Ainsi, même pour la couche de bois superficielle des éléments, que nous suivons en monitoring, un temps de l'ordre d'une dizaine de jours est nécessaire pour observer une variation de

l'ordre de 1 point de pourcentage sur le paramètre MC. Cela confirme la pertinence de l'intervalle de mesure choisi dans le projet Duramhen pour les mesures effectuées de façon manuelle sur les 100 autres sites.

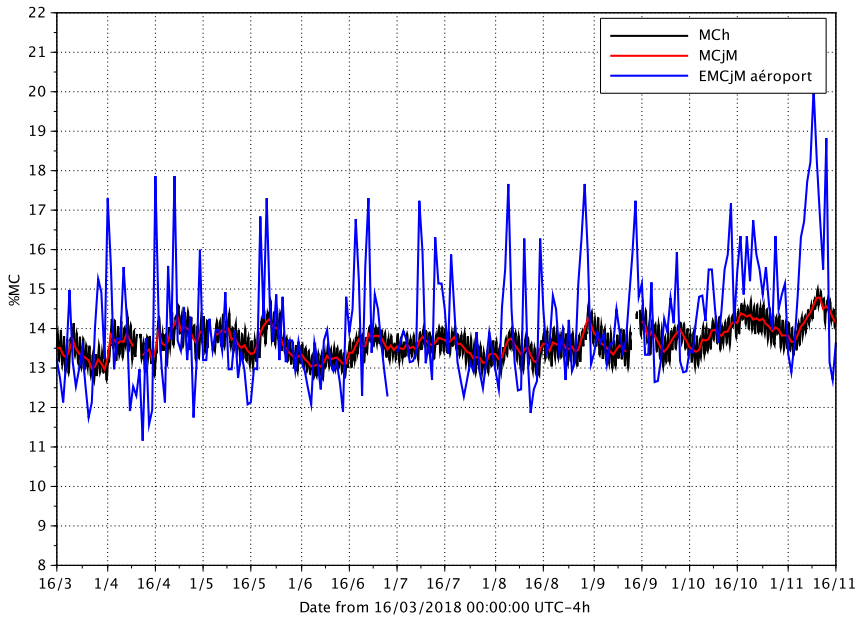


Figure 8. Site M000, poutre bois M000A, évolution des paramètres MC_h, MC_{jM}, EMC_{jM}

5. Conclusions et perspectives

Le système de monitoring et les capteurs de mesure du taux d'humidité du bois présentés ont permis de valider l'intervalle de mesure choisi pour les mesures manuelles du projet Duramhen. Une limite d'utilisation des composants de mesure d'entrée de gamme pour l'humidité de l'air a été mise en avant. La précision de mesure de la résistance du bois par les capteurs de monitoring a été évaluée ; l'utilisation de ces capteurs a été validé pour leur fonction principale qui est la mesure du taux d'humidité des poutres de structures en bois. Globalement, le système de monitoring a prouvé sa fiabilité pendant plus de 8 mois de fonctionnement. Il est désormais utilisé et en cours d'évolution dans le cadre d'autres projets liés aux structures en bois et plus généralement au génie civil.

6. Remerciements

Les auteurs remercient la plateforme MSGC (msgc-cust.fr) pour les moyens matériels mis à disposition. Ces travaux ont été soutenus financièrement par le PACTE pour la Martinique et pour la Guadeloupe par le FEDER Guadeloupe, certifié par le cluster Synergîle.

7. Références

1. P. QUISTIN, « Présentation Bois Duramhen 971 », GDR 3544 Sciences du bois, Bordeaux (8-10 novembre 2016)
2. P. DIETSCH, A. GAMPER, M. MERK, S. WINTER, « Monitoring building climate and timber moisture gradient in large-span timber structures », Journal of Civil Structural Health Monitoring, vol. 5, p. 153-165 (2015)
3. W. L. JAMES, « Electric moisture meters for wood », Gen. Tech. Rep. FPL-GTR-6. Madison, WI: U.S. Department of Agriculture, Forest Service, Forest Products Laboratory (1988)
4. NF EN 1995-1-1/NA (Avril 2007), Annexe nationale de l'Eurocode 5

Métrologie de la Terre, du Climat et de l'Univers

Réalisation d'instrumentation selon les principes des Ressources Libres et de l'impression tridimensionnelle.

Fabien NAESSENS [(1)]***, Sylvain MATEO*** [(1)]***, Nicolas PEYRAUBE*** [(1)]***, Vincent ALLEGRE*** [(1)]***, Nicolas HOUILLON*** [(1)]

(1) I2M, Université de Bordeaux
Avenue des Facultés 33400 Talence

1. Introduction : Développer à terme son propre système d'acquisition

De nombreuses solutions industrielles existent pour l'instrumentation dans la plupart des domaines scientifiques, cependant ces systèmes d'acquisition/mesure sont très souvent dits « fermés ». Ils sont également peu modulables (nombre de voies, logiciel, *etc.*) et les prix d'achat et d'entretien sont souvent élevés. C'est pourquoi de plus en plus de chercheurs et d'ingénieurs développent leurs propres solutions d'acquisition en se basant sur les principes de « l'Open Source ». Un logiciel Open Source est un programme informatique dont le code source est distribué sous une licence permettant à quiconque de lire, modifier ou redistribuer ce logiciel tout comme pour le matériel associé. L'utilisation d'une imprimante tridimensionnelle en parallèle avec le développement du logiciel et du matériel, offre de nombreuses solutions de conception de systèmes d'instrumentation dont certaines seront présentées dans ce résumé.

2. Plateformes de développement : Raspberry PI et Arduino

Parmi les possibilités « Open Source », nous distinguons deux familles de carte : les Raspberry pi et les Arduino qui sont assimilés respectivement à des nano-ordinateurs et des microcontrôleurs (Cf. Figure 1).

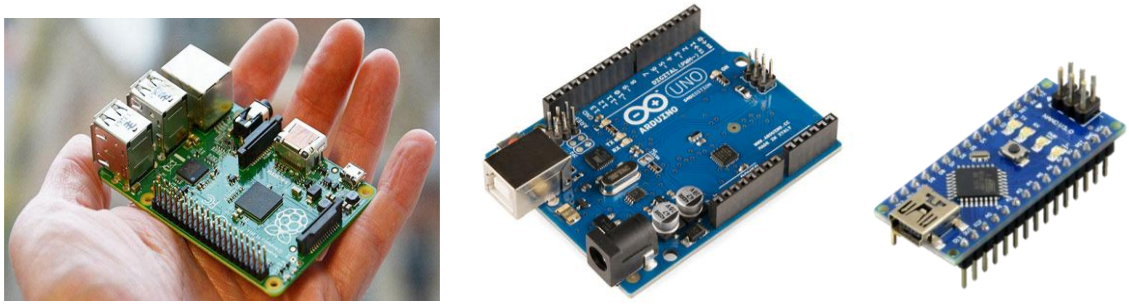


Figure 1 - Cartes Raspberry Pi et Arduino.

L'intérêt de ces cartes est multiple. La Raspberry PI est un véritable nano-ordinateur, avec un système d'exploitation « Open Source » basé sur noyau Linux. Elle possède une capacité de calcul importante, du Wifi et du Bluetooth pour la communication et une consommation énergétique évoluant entre 2 et 5W, idéale pour des instrumentations *in-situ*. En partant d'une Raspberry Pi, il est donc possible d'installer sur celle-ci un système d'exploitation, un serveur web, une base de données, et d'activer le Wifi en mode client ou AP afin de s'y connecter localement ou à distance via un réseau sans fil. Le serveur web permet de gérer l'interface homme/machine tel un site web, tandis que la base de données offre des possibilités de stockage et de calcul importantes.

Dans le cas de la carte Arduino, la programmation se fait via un compilateur « Open-source » tout comme le circuit électronique de la carte. Plusieurs modèles de cartes existent offrant une large gamme de développement en fonction du besoin (communication par Wifi, Bluetooth, Réseau, 3G). Les nombreuses possibilités de connections de ces cartes permettent d'imaginer des réseaux de mesure en local ou sur internet à moindre coût (Cf. Figure 2). Le coût matériel de ces cartes est faible, entre 15 et 60€. Le budget du système d'instrumentation sera donc impacté par le nombre et le type de capteurs utilisés ainsi que par le temps de conception et de développement.

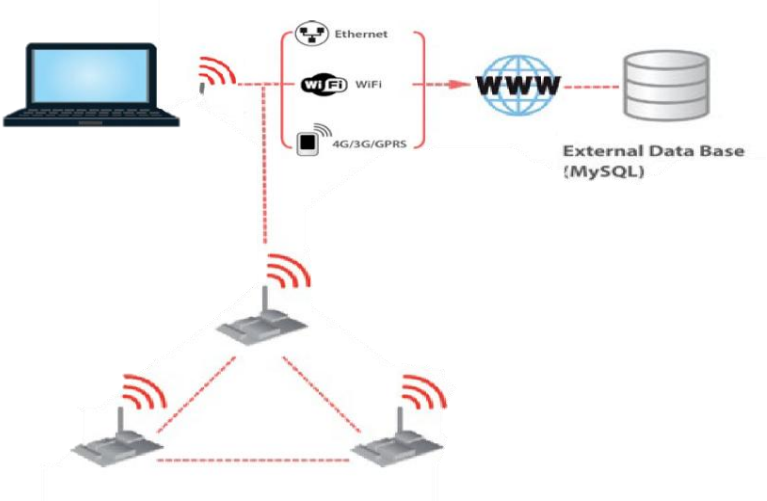


Figure 2 - Exemple d'architecture réseau

3. Les capteurs

Il est possible de mesurer quasiment toutes les grandeurs physiques à partir de ces systèmes d'instrumentation « Open Source ». De la mesure de température avec des classiques sondes PT100, ou bien des capteurs numériques type DS18B20 en I2C, à la mesure des paramètres physico-chimiques des eaux (pH, conductivité électrique, O_2 dissous, *etc.*) en passant par la pression hydrostatique ou atmosphérique, la pression partielle de certains gaz ou l'activité du Radon (^{222}Rn). Il est donc possible d'imaginer tout type d'instrumentation pour des applications multidisciplinaires. Dans nos domaines d'activité, plusieurs possibilités de développement peuvent être imaginées telles que des stations de mesures climatiques (climat extérieur), microclimatiques (climat des grottes), ou encore hydrogéochimiques (qualité des eaux naturelles).

4. Réalisations

A partir d'une carte de la famille Arduino comprenant une puce Wifi, un détecteur d'ouverture de porte a été conçu afin d'identifier l'influence des entrées dans la grotte ornée de Cussac (Dordogne) sur son aérologie interne et donc sur sa conservation (Cf. Figure 3).

Figure 3 – Instrumentation à base d'ESP8266

Dans le cadre d'un autre projet de recherche, un sismographe pour sismomètre basse fréquence, avec un échantillonnage de 1KHz pour des mesures en continue *in-situ* a été développé à partir d'une Raspberry Pi (Cf. Figure 4).

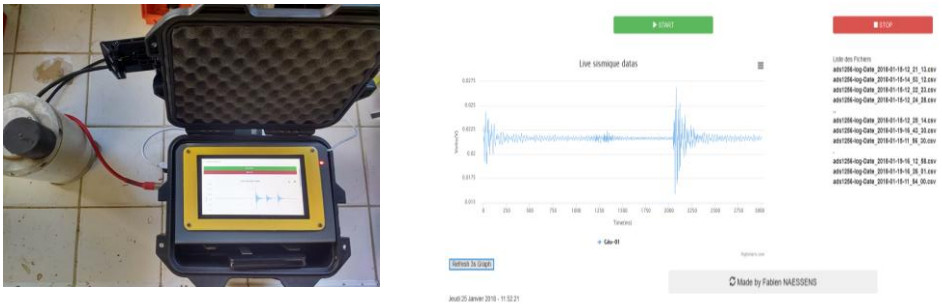


Figure 4 - Sismographe terrain basse fréquence

En plus de la mesure, ces outils permettent la réalisation de « Web logiciel » totalement sécurisés. L'exemple le plus parlant est celui du logiciel d'évaluation des risques liés aux altérations physico-chimiques des parois ornées de la Grotte de Lascaux (Dordogne) développé par l'I2M. Cet outil a pour objectif de fournir au gestionnaire de la cavité de Lascaux (DRAC de la Nouvelle Aquitaine), une base de décision solide pour planifier les interventions de restauration et de suivi de l'état sanitaire de cette grotte inscrite au patrimoine mondial de l'UNESCO (Cf. Figure 5).

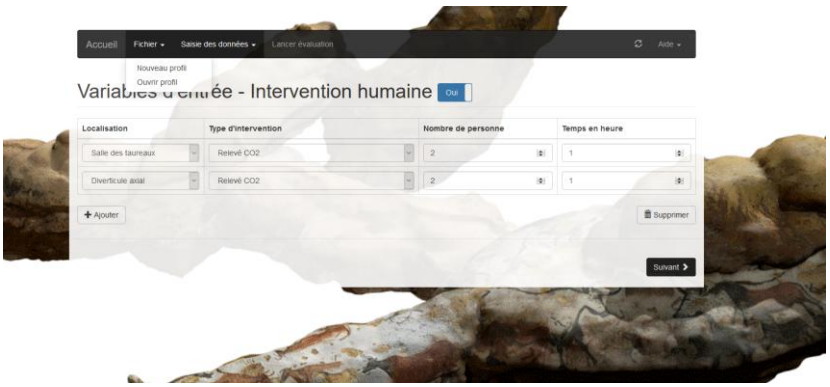


Figure 5 - Interface de configuration du logiciel d'évaluation des risques d'altération physico-chimiques des parois ornées de la Grotte de Lascaux (Dordogne).

5. Impression tridimensionnelle

Afin de répondre au mieux aux contraintes de terrain, parfois « hostiles », l'achat d'une imprimante 3D permet de réaliser des boîtiers ou capteurs sur mesures. Dans le cadre d'un projet de recherche visant à identifier l'impact des vagues sur les enrochements de bord de plage, une centrale d'acquisition avec des accéléromètres 3 axes totalement étanches avec enregistrements à distance et/ou programmés a été développée pour moins de 200€ (Cf. Figure 6).

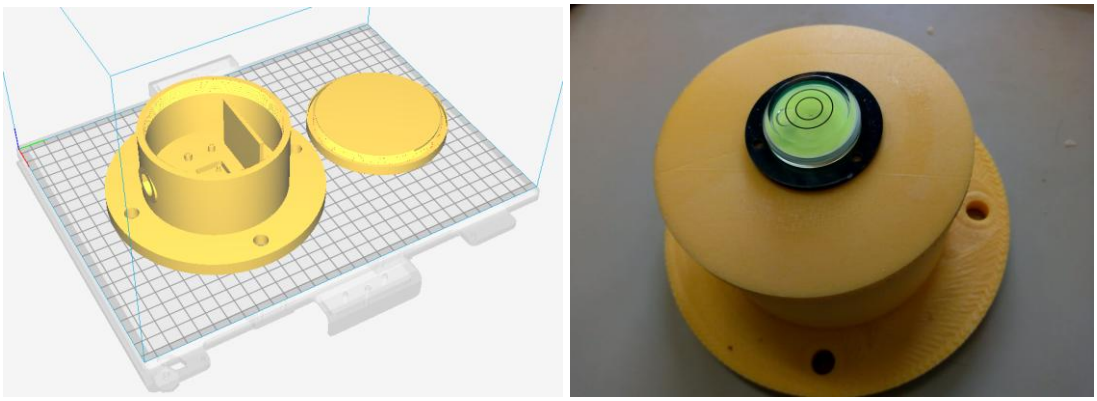


Figure 6 - Boîtier d'instrumentation terrain

6. Conclusion

Développer sa propre chaine d'acquisition offre des solutions modulables pour chacune des problématiques rencontrées *in-situ* ou en laboratoire en fonction des besoins et des budgets. L'instrumentation « Open Source » permet en plus d'être totalement indépendant vis-à-vis des fournisseurs et donc de s'affranchir des délais de livraison et des coûts de maintenance parfois

importants. De plus, derrière la notion d'Open Source, une réelle communauté existe. Elle partage codes sources et schémas de montage afin de réaliser bon nombre de systèmes de mesure ce qui permet à tout utilisateur intéressé de réaliser ses propres conceptions.

La soufflerie à bas niveau de turbulence

Muriel Lagauzère, Martin Obligado

Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, LEGI, 38000 Grenoble, France

1. Introduction

Le laboratoire des Ecoulements Géophysiques et Industriels (LEGI) accueille environ 140 personnes dont 60 permanents. Il est spécialisé dans la mécanique des fluides avec une forte approche expérimentale due en partie à ses grands équipements (plateforme Coriolis, canal à houle, tunnel hydrodynamique). La soufflerie Lespinard, du nom de son fondateur, est l'un des grands équipements du LEGI[1]. Elle est utilisée pour étudier les transitions laminaire-turbulent, accueille des personnels en thèse et de nombreux étudiants de l'Université Grenoble Alpes pour des travaux pratiques sur l'étude de la turbulence.

2. Descriptif du grand équipement

La soufflerie (Cf Figure 1) est un circuit fermé. Ses dimensions globales sont de 5 mètres de haut, 16 mètres de long et 2.5 mètres de large. La veine d'essais mesure 4 mètres de long. Sa section est carrée (0.75x0.75 m²). Le pilotage de deux moteurs tournant à la même vitesse avec des sens de rotation inversés permet à la fois l'insertion d'une grille et d'éviter la turbulence à grande échelle.

Les vitesses peuvent atteindre 45 m/s dans la veine d'essai. La stabilité de l'écoulement est assurée à 0.2% près. Une chambre de tranquillisation équipée de grilles fines, suivie d'un convergent permet de réduire l'intensité turbulente résiduelle à un niveau très bas (< 0.1%). La soufflerie, construite à l'origine pour faire des recherches sur la transition laminaire-turbulent, est utilisée par plusieurs équipes pour diverses études, dont :

- La diffusion d'un scalaire passif / actif en turbulence de grille.
- La mesure de vorticité en turbulence développée dans le contexte de l'autosimilarité incomplète[2].
- La concentration préférentielle des particules inertielles dans un écoulement turbulent[3].
- La vitesse de chute des gouttelettes d'eau dans un écoulement turbulent[4].
- Différents aspects de la turbulence fondamentale : turbulence de grille, sillage turbulent, la couche limite, etc…

Figure 1. La soufflerie à bas niveau de trubulence

3. L'instrumentation associée et le système tridimensionnel de déplacement des sondes

La vitesse peut être mesurée grâce à un tube de pitot installé dans le convergent et un micromanomètre. Nous utilisons également un système d'anémométrie à fil chaud avec un ou plusieurs fils. Des mesures pour visualiser la turbulence sont également utilisées : capture d'image à haute vitesse avec injection de gouttelettes pour visualiser la turbulence. Des mesures laser : Particle Imaging Velocimetry (PIV), Phase Doppler Interferometry (PDI) sont réalisées. La zone de la soufflerie est protégée des rayonnements laser par l'installation d'une cabine en cuir qui nous permet d'utiliser le laser en toute sécurité.

Un système 3D de déplacement des sondes (fil chaud, anémomètres soniques ou à coupelles...) est installé dans la veine d'essai. Il a récemment été calibré pour afficher la position réelle des sondes sur les trois axes.

4. La grille active

La grille active (Cf Figure 2) peut être insérée entre le convergent et la veine d'essai. Elle est constituée de 16 axes (8 horizontaux et 8 verticaux). Chaque axe est piloté de façon indépendante par un variateur relié à un moteur. Ces moteurs permettent de piloter la vitesse et la direction des lames grâce à une interface utilisateur multi langage (anglais, français, espagnol) développé sous LabVIEW au laboratoire.

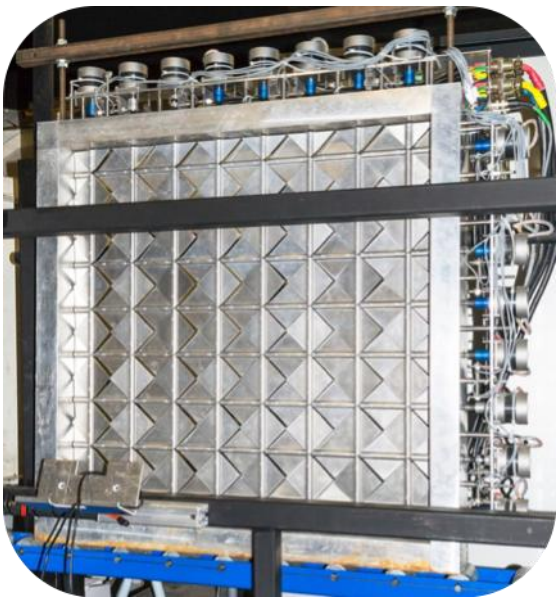


Figure 2. La grille active en position fermée

La grille active permet de générer une turbulence sur mesure : turbulence instationnaire, couche limite atmosphérique ...

CONCLUSION :

La soufflerie est utilisée pour des projets de recherche et d'enseignement depuis sa construction en 1965. Elle a récemment été modifiée (changement des deux turbines contra rotatives en 2013, remplacement de la veine d'essai en 2015, rajout d'un mode de fonctionnement local pour piloter les deux moteurs en même temps par une alimentation externe en 2017). De nouvelles perspectives s'offrent à nous et sont en cours de développement pour l'instrumentation de ce grand équipement : régulation PID de la vitesse par l'utilisation de la sortie analogique du micromanomètre, pilotage du système de déplacement tridimensionnel par le logiciel LabVIEW.

5. Références

1. Georges Lespinard. Contribution à l'étude de la transition en couche limite : effet de l'aspiration pariétale. PhD thesis, Faculté des Sciences de l'Université de Grenoble, 1968.
2. Nicolas Mazellier. Dynamique spatio-temporelle du champ de vorticité en turbulence. PhD thesis, Université Joseph Fourier, 2005.
3. Obligado, Martin. Fluid-particle interactions: from the simple pendulum to collective effects in turbulence. PhD thesis, Université de Grenoble, 2013.
4. Sumbekova, Sholpan. Clustering of inertial sub-Kolmogorov particles: Structure of clusters and their dynamics. PhD thesis, Université Grenoble Alpes, 2016.

Mesure de la résistivité électrique d'échantillons calcaire – caractérisation de la matrice

VERDET C. [(1)], GABORIEAU C. [(2),)], SOMMIER A. [(2)], ALLEGRE V. [(1)], ANGUY Y. [(2)], SIRIEIX C. [(1)]

(1) I2M, UMR CNRS 5295
Université de Bordeaux, Bât. B18, allée de Geoffroy ST Hilaire, 33615 Pessac cedex, France
(2) I2M, UMR CNRS 5295
Site ENSAM, Esplanade des Arts et Métiers, 33405 Talence Cedex

1. Introduction

En géophysique, la résistivité électrique est très utilisée pour caractériser les propriétés électriques des massifs. Elle va dépendre de la porosité, de la résistivité du fluide et de la saturation. Pour interpréter ces données, nous avons besoin de connaître la résistivité de la matrice pour savoir si elle est plutôt pilotée par l'eau dans la porosité matricielle ou par l'eau contenue dans les fissures/fractures. *In fine,* cela nous permet d'estimer la teneur en eau et ses variations temporelles dans le massif.

Dans notre cas, la résistivité électrique est utilisée pour étudier certains massifs calcaires d'Aquitaine. Par exemple, nous cherchons à mieux connaître l'état d'altération du massif autour de la grotte de Lascaux ou bien à mesurer les variations d'eau liée à un feu à la paroi calcaire d'une carrière [1] (Projet CarMoThaP [2]).

Le dispositif et toute la chaîne de mesures ont été réalisés pour des échantillons d'un calcaire cohérent. Les mesures existantes ne sont en général pas réalisées sur ce type d'échantillon ayant la particularité d'être soluble et non saturé. Nous cherchons à déterminer la variation de la résistivité en fonction de la saturation, la porosité étant imposée par l'échantillon prélevé. La préparation de l'échantillon calcaire demande des précautions afin d'éviter l'éventuelle dissolution partielle de la calcite dans l'eau. Un protocole expérimental et un dispositif spécifique de mesure sur carotte calcaire ont donc été conçus au laboratoire.

2. Préparation de l'échantillon calcaire : saturation

Pour la mesure de résistivité électrique en laboratoire, nous étudions des échantillons de forme cylindrique issus de forages ou carottages effectués sur les zones étudiées (forages des années 60 sur le site de Lascaux [3] et carottages dans la carrière de Lugasson). Ils sont découpés de telle sorte que le diamètre soit de 3 à 4 cm environ et la longueur d'une dizaine de centimètres.

Chaque échantillon est saturé par la méthode dite « du bac » : il est mis en saturation dans un récipient en ajoutant l'eau petit à petit jusqu'à le recouvrir complètement. Nous cherchons à limiter la dissolution du calcaire dans l'eau pour ne pas avoir de changement de porosité. Nous utilisons donc une eau prélevée sur les zones étudiées et nous mesurons la conductivité de l'eau et la température le temps de la saturation jusqu'à atteindre l'équilibre entre l'eau et l'échantillon, i.e. une conductivité électrique stable. Nous déterminons par la même occasion la résistivité de l'eau porale qui servira lors des mesures de résistivité électrique. Ce processus de saturation et d'équilibrage dure environ une semaine.

La porosité est déterminée sur échantillon sec (après les mesures électriques et sur d'autres échantillons proches) en utilisant un pycnomètre à hélium ou un porosimètre au mercure.

3. Mesure et estimation de la résistivité électrique

La résistivité électrique est une propriété physique utilisée en géophysique notamment pour mesurer de manière indirecte, les variations de la teneur en eau des matériaux du sous-sol.

Le dispositif expérimental est composé d'une balance sur laquelle repose un échantillon maintenu par un support en PVC, de deux électrodes impolarisables de courant (ou d'injection) collées à ses extrémités et de deux électrodes impolarisables de potentiel (ou de mesure) fixées sur le dessus (cf. Figure 1). Les électrodes sont reliées à un circuit électrique composé de câbles blindés et d'une

résistance servant à mesurer le courant passant dans l'échantillon. La chaîne d'acquisition est composée de plusieurs éléments : la centrale d'acquisition (châssis avec une carte relais et une carte d'acquisition), les interfaces de communication et l'Interface Homme Machine (IHM) réalisé sous LabVIEW©.

L'évolution de la saturation en eau est estimée via la perte de masse de l'échantillon au cours du temps. L'échantillon saturé est pesé en début d'expérimentation, puis sec en fin d'expérimentation, après un séchage à 105°C dans une étuve pendant une nuit. On détermine alors le degré de saturation S_w au cours du temps. En parallèle, la résistivité de la carotte est évaluée. Une tension de 5V est injectée en créneaux positifs et négatifs de 5 sec séparés d'un temps de pause de 5 sec. Cela permet de diminuer les effets de charges dans l'échantillon. Trois différences de potentiel sont mesurées. La première, prise aux bornes de la résistance connue (ΔV_R), permet de déterminer l'intensité du courant dans le circuit via la loi d'Ohm (U=RI avec U la tension, R la résistance et I l'intensité). La deuxième différence de potentiel, mesurée aux bornes de la carotte, permet de contrôler la tension injectée. Enfin, nous mesurons la différence de potentiel aux bornes des électrodes de mesure. On obtient finalement la résistivité de l'échantillon pour une saturation donnée par la formule $\rho = k * \frac{\Delta V}{I}$ avec k un facteur dépendant de la géométrie du dispositif, ΔV la différence de potentiel aux électrodes de mesure et I le courant dans le circuit.

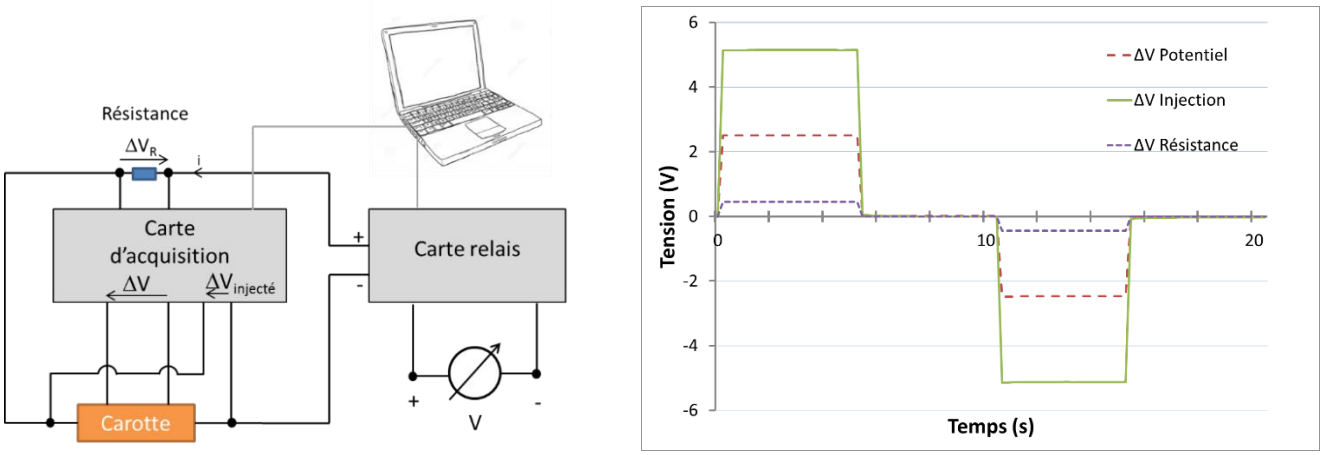


Figure 1. Schéma simplifié du dispositif de mesure de résistivité sur échantillon (à gauche) et courbes des différences de potentiel obtenues (à droite).

La résistivité est décrite classiquement par la loi d'Archie qui donne la résistivité électrique ρ d'un échantillon en fonction de la résistivité du fluide ρ_f, de la porosité du milieu φ et de sa saturation S_w. Nous utilisons une version modifiée [4], mieux adaptée à la mesure présentée ici que la loi originale. Cette équation s'écrit : $\rho = a * \rho_f * \varphi^{-m_f} * S_w^{-m_f}$, avec m_f **l'exposant** de la phase fluide, phase contribuant majoritairement à la conduction du courant ; a est assimilé à un facteur de qualité des mesures qui permet de corriger l'équation de l'effet des erreurs de mesures.

Les résistivités mesurées semblent être correctement décrite par la loi expérimentale d'Archie $\rho = f(Sw)$ (cf.figure 2). Nous déterminons une courbe de tendance répondant à la loi d'Archie modifiée (cf. §3). Nous calculons également l'intervalle de confiance à 95% (en pointillé sur la figure 2). Nous trouvons un a proche de 1, montrant que les mesures sont faites dans de bonnes conditions et un m_f de 1.07. Nous pouvons réécrire l'équation par : $\rho = 0.94 * \rho_f * \varphi^{-1.07} * S_w^{-1.07}$ pour les échantillons de Lugasson.

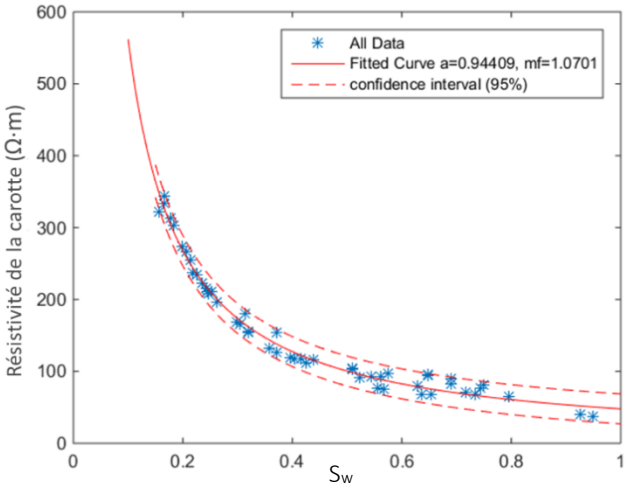


Figure 2. Résistivité de la carotte (Ω.m) en fonction de la saturation en eau (S_w).

4. Conclusion

La mesure sur échantillons permise par notre dispositif et protocole nous a conduit à la détermination des paramètres d'Archie modifiés pour des calcaires issus des alentours de la grotte de Lascaux et d'une carrière proche de Lugasson. Nous présentons ici les résultats des mesures effectuées sur les échantillons de Lugasson, et les paramètres d'Archie déterminés nous permettent de mieux apprécier les mouvements d'eau dans la paroi. Quant aux échantillons provenant de Lascaux, nous avons pu déterminer que la résistivité de la matrice varie entre 1 600 Ω·m et 3 000 Ω·m et cela nous permet de mieux comprendre les valeurs observées sur le terrain.

5. Remerciements

Nous remercions la Région Nouvelle-Aquitaine pour son soutien au projet CarMoThaP. Nous remercions également Catherine Ferrier (UMR 5199 PACEA), responsable du projet CarMoThaP et Christian Bouchet, propriétaire de la carrière. Nous remercions également Audrey Duphil, Fabien Naessens et Sylvain Matteo pour leur assistance technique.

6. Références

1. C. VERDET, C. SIRIEIX, Y. ANGUY, R. CLEMENT, C. GABORIEAU. « Electrode influence on micro-ERT field dataset subjected to fire », 23rd European Meeting of Environmental and Engineering Geophysics (7 Septembre 2017).
2. C. FERRIER, G. AUGUIN, A. AUJOUX, A. BELLIVIER, C. BOURDIER, A. BRODARD, E. DEBARD, L. DECOSTER, D. DELDICQUE, V. DRÉAN, V. FERUGLIO, P. GUIBERT, B. KERVAZO, D. LACANETTE, J.-C. LEBLANC, J.-C. MINDEGUIA, N. FOURRIER, A. QUEFFELEC, J.-N. ROUZAUD, F. SALMON, M. SUZANNE, I. THÉRY-PARISOT, A. TRAORÉ, T. TRUONG, « Les feux de la grotte Chauvet-Pont-d'Arc. » Ardèche Archéologie, n°34, p. 3‑12 (2017)
3. S. XU, C. SIRIEIX, A. MARACHE, J. RISS, P. MALAURENT, «3D geostatistical modeling of Lascaux hill from ERT data», Engineering Geology, Vol. 213, pp. 169‑178 (novembre 2016).
4. P. W. J GLOVER, « A new theoretical interpretation of Archie's saturation exponent », Solid Earth, Vol. 8, N°4, pp 805−816 (26 juillet 2017).

La soufflerie à bas niveau de turbulence

Muriel Lagauzère, Martín Obligado

Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, LEGI, 38000 Grenoble, France

1. Introduction

Le laboratoire des Ecoulements Géophysiques et Industriels (LEGI) accueille environ 140 personnes dont 60 permanents. Il est spécialisé dans la mécanique des fluides avec une forte approche expérimentale due en partie à ses grands équipements (plateforme Coriolis, canal à houle, tunnel hydrodynamique). La soufflerie Lespinard, du nom de son fondateur, est l'un des grands équipements du LEGI[1]. Elle est utilisée pour étudier les transitions laminaire-turbulent, accueille des personnels en thèse et de nombreux étudiants de l'Université Grenoble Alpes pour des travaux pratiques sur l'étude de la turbulence.

2. Descriptif du grand équipement

La soufflerie (Cf Figure 1) est un circuit fermé. Ses dimensions globales sont de 5 mètres de haut, 16 mètres de long et 2.5 mètres de large. La veine d'essais mesure 4 mètres de long. Sa section est carrée (0.75x0.75 m²). Le pilotage de deux moteurs tournant à la même vitesse avec des sens de rotation inversés permet à la fois l'insertion d'une grille et d'éviter la turbulence à grande échelle.

Les vitesses peuvent atteindre 45 m/s dans la veine d'essai. La stabilité de l'écoulement, définie comme le rapport entre l'écart type et la moyenne de la vitesse avec la veine d'essai vide, est assurée à 0.2% près. Une chambre de tranquillisation équipée de grilles fines, suivie d'un convergent permet de réduire l'intensité turbulente résiduelle à un niveau très bas (< 0.1%). La soufflerie, construite à l'origine pour faire des recherches sur la transition laminaire-turbulent, est utilisée par plusieurs équipes pour diverses études, dont :

- La diffusion d'un scalaire passif / actif en turbulence de grille.
- La mesure de vorticité en turbulence développée dans le contexte de l'autosimilarité incomplète[2].
- La concentration préférentielle des particules inertielles dans un écoulement turbulent[3,4,5].
- La vitesse de chute des gouttelettes d'eau dans un écoulement turbulent[6].
- Différents aspects de la turbulence fondamentale : turbulence de grille, sillage turbulent, la couche limite, etc…

Figure 1. La soufflerie à bas niveau de trubulence

3. L'instrumentation associée et le système tridimensionnel de déplacement des sondes

La vitesse dans la soufflerie peut être mesurée grâce à différentes techniques :

3.1 : La mesure de vitesse grâce au tube de Pitot : un tube de Pitot (Cf Figure 2) est installé dans le convergent de la soufflerie. Il est associé à un micro manomètre (Cf Figure 3).

Figure 2. Le tube de Pitot

Figure 3. Le micro manomètre

Un tube de Pitot est constitué de deux tubes coudés concentriques dont les orifices, en communication avec le fluide dont on veut mesurer la vitesse, sont disposés de façon particulière. Le tube de Pitot mesure deux pressions. L'une est une pression statique (pression atmosphérique) et l'autre est la pression totale (pression dynamique). La mesure de la vitesse est réalisée en appliquant le théorème de Bernouilli.
Le micromanomètre associé permet de mesures des vitesses allant de moins de 1l/min à 30l/min. La précision est inférieure à ± 0.1% de l'étendue de mesure.

3.2 : Le système d'anémométrie à fil chaud avec un ou plusieurs fils :

La mesure de vitesse par anémométrie à fil chaud est utilisée pour les mesures dans des écoulements turbulents avec des fluctuations de vitesses supérieures au kHz. Nous utilisons des anémomètres à température constante que nous positionnons perpendiculairement à la direction de l'écoulement.

L'anémomètre est composé d'un support sur lequel est soudé un fil de quelques µm qui constitue la partie sensible et d'un système électronique par lequel nous imposons un courant électrique qui va chauffer le fil à une température d'environ 400°C (Cf Figure 4). L'électronique va permettre d'adapter le courant passant dans le fil afin que la température du fil reste constante lorsque l'anémomètre est soumis à un écoulement. Nous disposons également de sondes et porte sondes doubles pour la mesure simultanée de deux composantes de la vitesse.

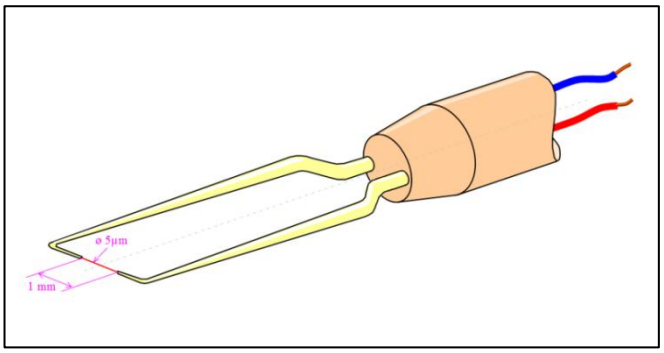


Figure 4. La sonde à fil chaud[7]

Il est nécessaire de mesurer la tension fournie au fil pour conserver sa température constante et d'y associer la vitesse sur le fil à chaque instant. On applique la loi de King qui permet de relier les

deux paramètres par des coefficients a et b déterminés de façon expérimentale. On procède à la calibration du fil chaud en utilisant un calibrateur de la vitesse de l'air (Cf Figure 5) qui fournit une vitesse de l'air entre 1 et 70 m/s. On place la sonde à fil chaud en sortie de cette soufflerie et on impose une vitesse connue. La tension du fil chaud est mesurée en sortie du dispositif électronique sur un module d'acquisition. On répète cette opération pour plusieurs valeurs de vitesses en relevant la tension de fil associée. En réalisant ainsi une courbe de calibration, on obtient les paramètres a et b. Chaque valeur de tension du fil chaud se verra ainsi associée à une valeur de vitesse dans l'écoulement. Cette calibration est rendue nécessaire de façon quotidienne car la mesure par anémométrie à fil chaud est très sensible aux conditions atmosphériques (température, pression).

Figure 5. Calibrateur de la vitesse de l'air

3.3 Mesures laser :

La veine d'essai est composée de quatre parois transparentes qui permettent accès optique complet pour faire de la visualisation.

Des mesures pour visualiser la turbulence sont réalisées : capture d'image à haute vitesse avec injection de gouttelettes pour visualiser la turbulence.

Nous utilisons également des lasers pour faire de la PIV : Particle Imaging Velocimetry et du PDI : Phase Doppler Interferometry pour remonter à la taille des gouttes et à la vitesse du fluide.

La zone de la soufflerie est protégée des rayonnements laser par l'installation d'une cabine en cuir qui nous permet d'utiliser le laser en toute sécurité.

3.4 Le système 3D de déplacement :

Un système 3D de déplacement des sondes (fil chaud, anémomètres soniques ou à coupelles...) est installé dans la veine d'essai (Cf Figure 6). Il a récemment été calibré pour afficher la position réelle des sondes sur les trois axes. Il est désormais possible d'effectuer ces déplacements grâce à un développement logiciel récent qui permet de piloter les variateurs de vitesses par un module d'acquisition. Le logiciel LabVIEW gère les arrêts de déplacement et synchronise ces arrêts avec le démarrage des acquisitions des vitesses par anémométrie à fil chaud.

Figure 6. Le système 3D de déplacement des sondes

3.5 Divers :

- Il est possible d'ajouter entre le convergent et la veine d'essai de la soufflerie un réseau d' injecteurs pour l'injection de gouttelettes. La soufflerie est alors utilisée pour l'étude des écoulements diphasiques.

- Il y a un capteur de forces gamma ATI qui permet mesurer les 3 composantes de la force et le couple associé.

- Une sonde Pitot multi-trou Cobra (by Turbulent Flow Instrumentation Pty Ltd), pour mesurer les 3 composantes de la vitesse avec une résolution temporelle de 600Hz.

4. La grille active

La grille active (Cf Figure 7) peut être insérée entre le convergent et la veine d'essai. Elle est constituée de 16 axes (8 horizontaux et 8 verticaux). Chaque axe est piloté de façon indépendante par un variateur relié à un moteur. Ces moteurs permettent de piloter la vitesse et la direction des lames grâce à une interface utilisateur multi langage (anglais, français, espagnol) développé sous LabVIEW au laboratoire.

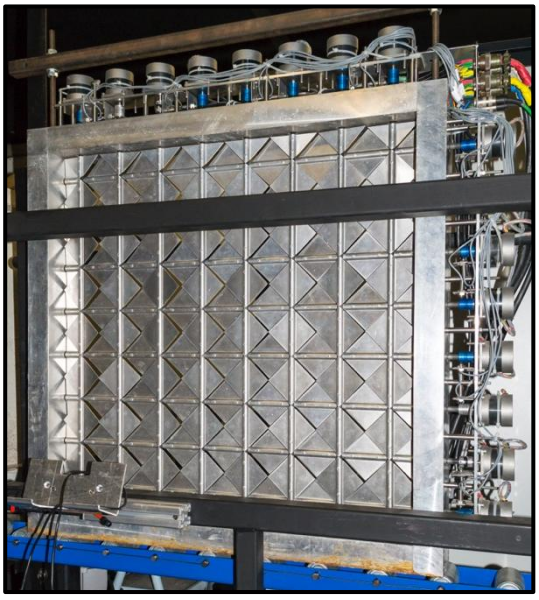


Figure 7. La grille active en position fermée

La grille active permet de générer une turbulence sur mesure : turbulence instationnaire, couche limite atmosphérique ... Grâce au pilotage indépendant de chaque moteur, il est possible de générer plusieurs écoulements inhomogènes et/ou instationnaires. Aussi, la grille est compatible avec des études des écoulements diphasiques.

CONCLUSION :

La soufflerie est utilisée pour des projets de recherche et d'enseignement depuis sa construction en 1965. Elle a récemment été modifiée (changement des deux turbines contra rotatives en 2013, remplacement de la veine d'essai en 2015, rajout d'un mode de fonctionnement local pour piloter les deux moteurs en même temps par une alimentation externe en 2017). De nouvelles perspectives s'offrent à nous et sont en cours de développement pour l'instrumentation de ce grand équipement : régulation PID de la vitesse par l'utilisation de la sortie analogique du micro manomètre, pilotage du système de déplacement tridimensionnel par le logiciel LabVIEW.

5. Références

1. Georges Lespinard. Contribution à l'étude de la transition en couche limite : effet de l'aspiration pariétale. PhD thesis, Faculté des Sciences de l'Université de Grenoble, 1968.
2. Nicolas Mazellier. Dynamique spatio-temporelle du champ de vorticité en turbulence. PhD thesis, Université Joseph Fourier, 2005.
3. Sholpan Sumbekova, Alain Cartellier, Alberto Aliseda and Mickael Bourgoin, Preferential Concentration of Inertial Sub-Kolmogorov Particles. The roles of mass loading of particles, Stokes and Reynolds numbers. Phys. Rev. Fluids 2, 024302 (2017).
4. Martin Obligado, Alain Cartellier and Mickael Bourgoin, Superclustering of heavy particles in activee grid generated turbulence, EPL Europhysics Letters, 112(5), p. 54004 (2015a).
5. Martin Obligado, Tomas Teitelbaum, Alain Cartellier, Pablo Mininni and Mickael Bourgoin, Preferential concentration of heavy particles in turbulence, Journal of Turbulence, 15 (5), 293-310 (2014).
6. Sholpan Sumbekova, Clustering of inertial sub-Kolmogorov particles: Structure of clusters and their dynamics. PhD thesis, Université Grenoble Alpes, 2016.
7. https://commons.wikimedia.org/wiki/File:An%C3%A9mom%C3%A8tre_%C3%A0_fil_chaud,_hot-wire_anemometer.png

Mise au point d'un banc d'étalonnage de profileurs de courant

M. Le Menn[1], S. Morvan[2]

[1] *Service Hydrographique et Océanographique de la Marine (SHOM), CS 92803, 29228 Brest Cédex 2.*
[2] *Ecole Nationale Supérieure de d'Électrotechnique, d'Électronique, d'Informatique, d'Hydraulique et des Télécommunications (ENSEEIHT)*

1. Introduction

Les océans recouvrent 70,8 % de la surface du globe. Ils régulent une grande partie du climat de la Terre à travers les échanges océan – atmosphère et les phénomènes comme El-Niño, les grands cycles et courants océaniques. Ces courants sont créés par le vent (en surface), mais surtout par des variations de masse volumique et de gravité. Leur mesure est essentielle pour établir des cartes utiles à la navigation, des modèles 3D de circulation océanique ou plus récemment, pour améliorer le rendement des hydroliennes et autres sources d'énergie renouvelable.

Les courantomètres à rotor ont été remplacés depuis une dizaine d'années, par des courantomètres acoustiques à effet Doppler. Le milieu marin étant propice à la propagation des ondes acoustiques, la mesure du temps de retour des impulsions réfléchies par les particules du milieu a permis la création de profileurs de courant. Placés dans la coque des navires océanographiques et dirigés vers le fond, ou placés dans des cages posées sur le fond et pointés vers la surface, ces instruments permettent d'obtenir des profils de vitesse de la colonne d'eau. Leur portée, qui dépend de la longueur d'onde de la source, va de quelques mètres à plusieurs centaines de mètre, selon les charges en particules. Ces profils sont découpés en cellules par le logiciel de l'instrument, qui fournit des valeurs de vitesses moyennes par cellule, en fonction des décalages Doppler mesurés.

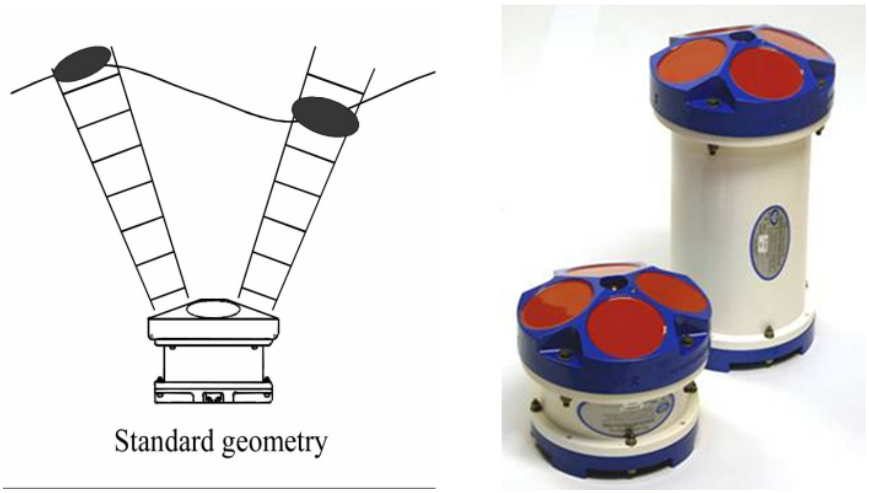


Figure 1 : schéma d'un profil de mesure d'un profileur pointant vers la surface, et photo de profileurs de marque RDI Instruments. *Doc. Teledyne R.D. Instruments*

Le Shom étant un organisme certifié ISO 9001, s'est posé la question de l'étalonnage de ces instruments. Une plateforme a d'abord été construite et mise en service en 2012, pour étalonner les compas et capteurs d'inclinaison dont ils sont dotés [1-3]. Ces compas servent à retrouver la direction des instruments par rapport au Nord magnétique, les trois transducteurs dont ils sont équipés permettant de calculer la direction des courants dans le référentiel de l'instrument. Il restait à trouver une méthode pour déterminer la justesse des mesures de vitesse. Pour les courantomètres à rotor, cette détermination pouvait se faire en bassin de traction, par comparaison à la vitesse d'un chariot sur lequel ils étaient fixés. Compte tenu de la portée des profileurs, ces comparaisons en bassin n'étaient plus possible. Il restait la possibilité d'inter-comparaisons en mer, mais ces

inter-comparaisons sont difficiles à mettre œuvre et couteuses.

L'idée est donc venue de mettre au point un banc de test constitué d'un transducteur acoustique que l'on pose successivement sur les transducteurs du profileur. Relié à un générateur de fréquence, il permet de simuler l'écho perçu par le profileur. L'exploitation de la formule de l'effet Doppler et des vitesses estimées par l'instrument, a permis de mettre au point une méthode de test de ses voies de mesure. Il restait à en faire un banc d'étalonnage.

2. Principe de fonctionnement des profileurs de courant

Les profileurs de courant mesurent des vitesses (V_1, V_2, V_3) dans l'axe de leurs faisceaux (1). Leurs émetteurs sont inclinés à 20°, 25° ou 30° (angle β). Connaissant la valeur de β, on peut calculer des vitesses (V_x, V_y, V_z) dans leur repère propre.

$$\begin{bmatrix} V_x \\ V_y \\ V_z \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{2}{3\sin(\beta)} & \frac{-1}{3\sin(\beta)} & \frac{-1}{3\sin(\beta)} \\ 0 & \frac{-1}{\sqrt{2}\sin(\beta)} & \frac{1}{\sqrt{2}\sin(\beta)} \\ \frac{1}{3\cos(\beta)} & \frac{1}{3\cos(\beta)} & \frac{1}{3\cos(\beta)} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} V_1 \\ V_2 \\ V_3 \end{bmatrix} \qquad (1)$$

Ils sont équipés de compas du type '*flux-gate*' pour retrouver l'amplitude des composantes (U, V, W) des courants par rapport au Nord magnétique (angle Ω), puis, connaissant la déclinaison magnétique, par rapport au Nord géographique (2). Ils sont, de plus, corrigés en inclinaison à l'aide de capteurs de '*tilt* ' qui mesurent les angles Ψ et θ de roulis et tangage (dans l'équation (2), C = cos et S = sin) :

$$\begin{bmatrix} U \\ V \\ W \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} C_\psi C_\Omega & (-S_\psi S_\theta C_\Omega + C_\theta S_\Omega) & (S_\psi C_\theta C_\Omega + S_\theta S_\Omega) \\ -C_\psi C_\Omega & (S_\psi S_\theta S_\Omega + C_\theta S_\Omega) & (-S_\psi C_\theta S_\Omega + S_\theta C_\Omega) \\ -S_\psi & -C_\psi S_\theta & C_\psi C_\theta \end{bmatrix} \begin{bmatrix} V_x \\ V_y \\ V_z \end{bmatrix} \qquad (2)$$

Les vitesses (V_1, V_2, V_3) sont obtenues par mesure de l'effet Doppler après détection des échos produits par la réflexion des impulsions sur les couches successives de particules. Pour améliorer l'exactitude des mesures, les impulsions sont répétées à une fréquence f_r. La vitesse maximale mesurable V_{max} dépend de f_r et de la longueur d'onde λ :

$$\pm V_{max} = f_r \,.\, \lambda / 4 \qquad (3)$$

f_r fixe également la portée maximale r_{max} à laquelle une cible peut être détectée sans ambiguïté sur sa position :

$$r_{max} = c / 2 f_r \qquad (4)$$

c est la vitesse du son. Les relations (3) et (4) conduisent à exprimer la fonction d'ambiguïté portée-vitesse [4] :

$$V_{max}\, r_{max} = \pm c\, \lambda / 8 \qquad (5)$$

Les profileurs conventionnels sont dits incohérents ou *narrowband* car les échos reçus de deux impulsions différentes ne sont pas corrélés. Ces échos sont mesurés en continu, ce qui permet de déterminer la taille des cellules de mesure dans la colonne d'eau, connaissant la valeur de c et la durée t_p des impulsions. La plus faible incertitude que l'on peut obtenir sur les mesures de (V_1, V_2, V_3) est limitée par la variance du bruit Doppler σ_δ qui est inversement proportionnelle à t_p. Ce bruit

est généré par le déplacement aléatoire des particules. Pour diminuer l'incertitude, il faut multiplier le nombre n d'impulsions. L'incertitude σ_V sur les V_i, $i \in [1, 2, 3]$, peut alors être réduite statistiquement :

$$\sigma_V = \frac{\sigma_\delta}{\sqrt{n}} \qquad (6)$$

Une autre solution consiste à augmenter la valeur de t_p, mais elle conduit à réduire la résolution spatiale. Pour surmonter cette ambiguïté, des profileurs dits '*pulse-to-pulse coherent*' ou '*pulse coherent*' ont été mis au point. Ils consistent à travailler sur des séries de deux impulsions cohérentes. La fonction autocovariance $R(\tau)$ de ces 2 impulsions est calculée [4] :

$$R(\tau) = C(t)C^*(t+\tau) \qquad (7)$$

$C(t)$ est le signal reçu après l'émission de 2 impulsions successives et $C^*(t)$ son expression complexe conjuguée. L'autocovariance est estimée à partir de la réception de M séquences de deux impulsions et de la moyenne de M fonctions $R(\tau)$ [5]. Le plus souvent, la fréquence Doppler moyenne qui caractérise le décalage Doppler δf, est extraite de la phase $\phi \in [-\pi, +\pi]$ de cette fonction d'autocovariance moyenne. Si f_0 est la fréquence émise, la vitesse radiale mesurée est obtenue par la relation :

$$V_i = \pm \frac{\delta f_i c}{2 f_0} \qquad (8)$$

Si t_l est le temps correspondant à un aller-retour des impulsions, on a $2\pi\delta f = \phi / t_l$. L'expression de la vitesse mesurée par les courantomètres devient [6] :

$$V_i = \pm \frac{\phi c}{4\pi f_0 t_l} \qquad (9)$$

3. Mise au point de la méthode

Au-delà de la complexité du traitement du signal réalisé par ces profileurs, sur le plan métrologique, ce qu'il importe de connaître et de maîtriser, c'est la dérive éventuelle des mesures de fréquence ou de phase qui sont réalisées, l'effet Doppler étant un phénomène physique difficile à simuler. Cette dérive est conditionnée par la qualité de l'oscillateur qui se trouve dans l'instrument. Il est donc nécessaire de pouvoir comparer la fréquence f_0 émise par le profileur, à une fréquence de référence. Or, leur logiciel ne donne accès qu'aux vitesses mesurées V_i ou à celles référencées.

Le constructeur de profileurs RDI Instruments propose dans une note technique [7], de placer un hydrophone sur les transducteurs de ses courantomètres, pour vérifier ou régler leur gain. L'idée est donc venue d'utiliser ce type d'hydrophone pour simuler la réception d'un écho, en le raccordant à un générateur de fréquence. L'impédance acoustique des matériaux constituant ces transducteurs étant très élevée, il est impossible de réaliser leur couplage en laissant de l'air entre les deux. Le contact transducteur – hydrophone a donc été assuré par un gel à base de silicone permettant de réaliser de l'étanchéité sous vide.

Figure 2 : hydrophone posé sur un profileur NORTEK 600 kHz et sur un profileur Workhorse RDI.

Les courantomètres et profileurs à étalonner ayant des surface actives qui diffèrent selon les types d'instruments, il a été nécessaire également, d'utiliser deux types d'hydrophones plans. Le premier, que nous appellerons RDI, a un diamètre actif d de 27 mm. Pour le second, appelé UB-tr7 de la société Ubertone, il est de 7 mm. La fréquence des signaux à générer allant de 400 kHz à 2 MHz, les mesures se font en champ proche et la tache focale de ces sondes se situe à des distances variant de 8 à 48 mm selon la relation $d^2/4\lambda$.

Connaissant la fréquence f_0 du profileur, à partir de la relation (8) il est possible de déterminer une plage de variation de fréquence correspondant à sa plage de variation de vitesse. Il est possible également de déterminer un pas d'incrément de fréquence δf_r, connaissant la résolution en vitesse δv de l'instrument. Le générateur est donc réglé pour envoyer une sinusoïde de fréquence variable $f_0 \pm k\ \delta f_r$, la valeur de k permettant d'explorer la gamme de vitesse. L'ensemble est piloté à distance par un programme développé sous le progiciel Labview. Il permet d'automatiser le test en décodant les messages des différents types de profileurs pour déterminer leur type, extraire les valeurs de vitesse mesurées et piloter le générateur de fréquence.

L'utilisation d'un générateur de fréquence permet d'adapter la puissance du signal écouté par le profileur. Son réglage permet d'optimiser le bruit des mesures de vitesse, en prenant garde cependant, de ne pas saturer les voies de mesure. Des messages retournés par l'instrument, on peut extraire l'amplitude du signal (en count) reçue par chaque faisceau. En observant l'évolution du nombre de 'count' sur le long terme, il est possible de faire un suivi de l'évolution de la sensibilité du courantomètre, et donc de prévenir une dérive de son électronique d'amplification.

La relation (8) fait intervenir la vitesse du son c. Quand l'instrument est utilisé *in situ*, l'utilisateur peut forcer directement sa valeur en fonction du milieu ou passer par une relation de calcul basée sur des mesures de température et de pression. La question s'est posée de déterminer cette valeur dans le cas de ce banc de mesure. Trois types de gels de masse volumique différente ont été testés afin d'observer leur influence éventuelle sur c. Il est apparu qu'ils avaient une influence négligeable. La valeur de c a donc été fixée de façon à obtenir la plage d'excursion de vitesse la plus grande possible, tout en restant compatible avec des célérités océaniques. La valeur 1525 m/s qui a été choisie, permet d'obtenir la réponse des profileurs dans la gamme ± 6 m/s (à l'exception d'une version appelée DeepWater 2000 m). Elle est programmée dans l'instrument et prise en compte dans le programme Labview pour calculer une vitesse de référence V_{ref}.

L'étalonnage consiste à calculer un écart de vitesse δv tel que :

$$\delta v = V_{ref} - V_i = \frac{c}{2}\left(\frac{\delta f_{ref} - \delta f_i}{f_0}\right) \qquad (10)$$

avec $\delta f_{ref} = k\ \delta f_r$. δf_i est définit par la relation (8), l'indice *i* désignant l'instrument.

4. Incertitude des mesures de vitesse et de l'étalonnage.

Les oscillateurs se trouvant dans les courantomètres peuvent dériver dans le temps et en fonction de la température. Pour exploiter les relations (8) et (10), un premier problème consiste donc à déterminer la valeur de f_0. Le constructeur Nortek précise dans sa documentation qu'un certain nombre de paramètres, utilisés dans les calculs de vitesse, ont des valeurs fixes dans l'instrument. La fréquence des transducteurs en fait partie. Il précise également que l'exactitude des mesures de vitesse est de 1 % de la valeur mesurée + 5 mm/s. Cette exactitude est probablement majorée du fait de la mauvaise connaissance de la célérité du milieu au moment des mesures, l'influence de celle-ci étant de l'ordre de 1 % sur les vitesses mesurées. Il s'agit donc d'une tolérance maximale.

A partir de la relation (8), on peut constater que les variations relatives de f_0 sont proportionnelles aux variations relatives de *v*. Une erreur de 0,1 % sur f_0 correspondrait à une erreur de 3 mm/s sur une vitesse de 3 m/s, ce qui reste inférieur à la tolérance du fabricant. 0,1 % correspondrait à une erreur de 400 Hz pour un 400 kHz, et 2000 Hz pour un 2 MHz. Sachant que les écarts constaté sur f_0 sont en général inférieurs à 0,02 %, l'influence de la connaissance exacte de sa valeur sur la mesure de vitesse est donc négligeable.

Les variables de la relation (10) étant indépendantes entre-elles, l'incertitude sur les écarts de vitesse obtenus durant l'étalonnage peut être évaluée avec la relation suivante [8] :

$$u_{\delta v}{}^2 = \left(\frac{\partial \delta v}{\delta f_{ref}}\right)^2 . u_{\delta fref}^2 + \left(\frac{\partial \delta v}{\delta f_i}\right)^2 . u_{\delta fi}^2 + \left(\frac{\partial \delta v}{\delta f_0}\right)^2 . u_{f0}^2 \qquad (11)$$

en considérant que *c* est une constante fixée pour le calcul. La relation (11) donne :

$$u_{\delta v}{}^2 = \left(\frac{c}{2f_0}\right)^2 . \left[u_{\delta fref}^2 + u_{\delta fi}^2\right] + \left(\frac{\delta v}{f_0}\right)^2 . u_{f0}^2 \qquad (12)$$

Dans la relation (12), $u_{\delta fi}$ peut être évalué en prenant en compte la tolérance maximale donnée par le fabricant. A partir de la relation (8) on peut écrire :

$$u_{\delta fi} = \frac{2u_{vi}f_0}{c} \qquad (13)$$

L'expression (12) devient alors :

$$u_{\delta v}{}^2 = \left(\frac{c}{2f_0}\right)^2 . u_{\delta fref}^2 + u_{vi}^2 + \left(\frac{\delta v}{f_0}\right)^2 . u_{f0}^2 \qquad (14)$$

Comme expliqué au paragraphe 5, il a été nécessaire de mesurer f_0 afin d'éliminer les erreurs, liées au principe du test, sur la mesure de l'effet Doppler. u_{f0} représente alors l'incertitude type de cette mesure par un fréquencemètre. Sa valeur a été évaluée à 0,5 Hz. L'incertitude sur la fréquence générée $u_{\delta fref}$ a également été évaluée à 0,5 Hz. Les chiffres donnés par le fabriquant concernant l'exactitude des mesures étant considérés comme une tolérance maximale, u_v a été évalué en les divisant par racine de 3, selon les règles de la référence [8]. Malgré cette division, les calculs montrent que cette source d'incertitude reste largement dominante par rapport aux autres.

5. Résultats obtenus

Pour réaliser ces tests, les profileurs ont été configurés en fixant leur temps d'intégration à 1 s, une zone blanche minimale et une seule cellule de mesure. Ils travaillent en mode *narrowband*.

Dans un premier temps, la fréquence centrale envoyée par le générateur a été fixée en fonction des fréquences sur lesquelles les profileurs étaient censés émettre : 400 kHz, 600 kHz, 1 MHz ou 2 Mhz selon leur type et donc leur portée. Il est apparu que les courbes d'écart obtenues présentaient des offset et des pentes variables selon les instruments (voir figure 3).

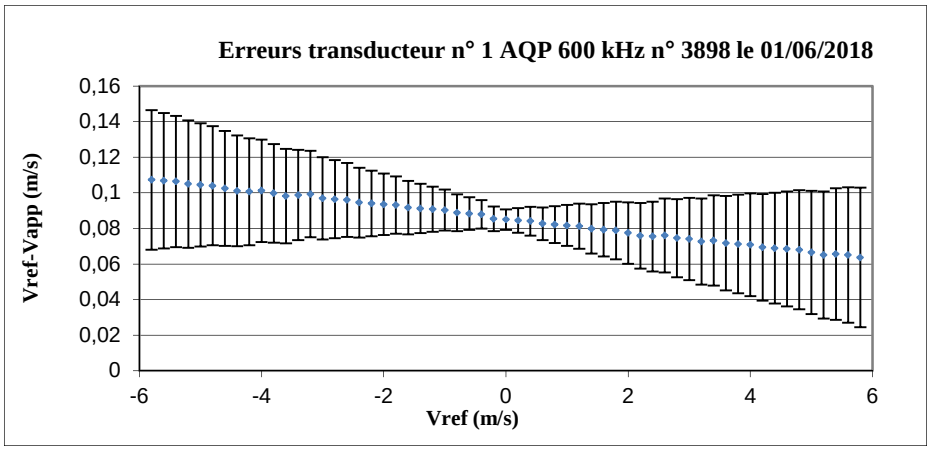


Figure 3 : exemple de courbe d'erreur obtenue initialement sur un profileur 600 kHz. Les barres d'erreur représentent l'incertitude élargie sur δv, qui est fonction de la vitesse mesurée.

Afin de lever le doute sur l'origine de ces décalages, des mesures ont été faites en faisant varier progressivement la fréquence f_0 émise par le générateur, afin d'observer son influence sur l'offset. Cette influence étant notable, l'hydrophone a été utilisé en récepteur et raccordé à un oscilloscope. L'analyse fréquentielle du signal numérisé a permis de mettre en évidence des décalages de fréquence de quelques hertz à quelques dizaines de hertz et de mesurer avec exactitude les fréquences des impulsions émises par les courantomètres.

En fait, si l'influence de la connaissance exacte de la valeur de f_0 sur la mesure de vitesse est négligeable, durant ce test il est nécessaire de la connaître pour évaluer l'exactitude de la mesure du décalage Doppler réalisé par l'instrument. Un décalage du générateur de fréquence par rapport à la fréquence générée par l'instrument, se traduit par la courbe d'erreur de la figure (3). La figure 4 montre le résultat obtenu sur le profileur n° 3898, après alignement de la fréquence émise par le générateur sur celle du profileur.

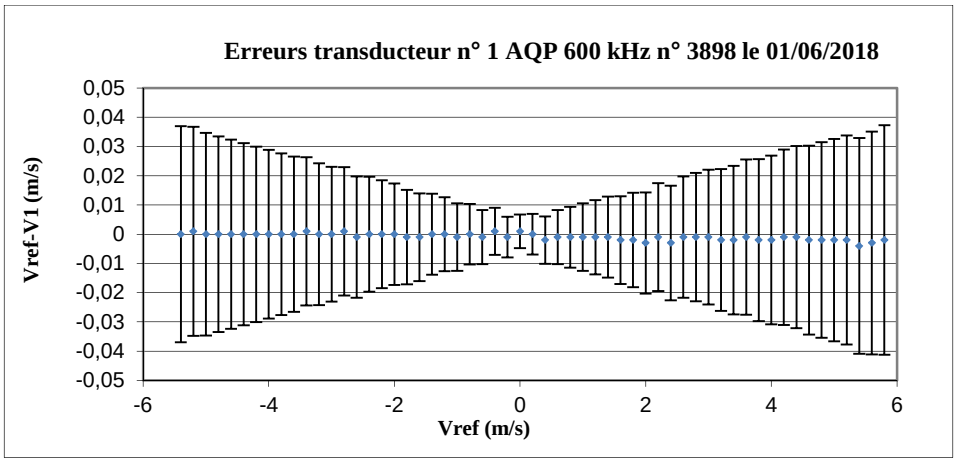


Figure 4 : exemple de courbe d'erreur obtenue avec le profileur 600 kHz n° 3898, après mesure de sa fréquence. Les barres d'erreur représentent l'incertitude élargie sur *dv*, qui est fonction de la vitesse mesurée.

La chaine de mesure a donc été modifiée pour tenir compte de ces décalages, propres aux oscillateurs des profileurs. Une carte de numérisation NI USB 5132 a été achetée. Afin de garantir sa stabilité en fréquence, elle a été raccordée à une horloge externe du type Epsilon NTP contenant

un oscillateur contrôlé en tension (OCXO à 10 MHz), synchronisée à un signal GPS.

6. Conclusion

Les profileurs de courant sont des instruments utilisés couramment et en quantité par les organismes pratiquant de l'hydrologie fluviale ou de l'océanographie, mais ils faisaient l'objet de peu de contrôles métrologiques, en particulier à cause de la complexité de leurs algorithmes de fonctionnement. La méthode mise au point et le logiciel d'automatisation développés, permettent d'interfacer et d'étalonner tous les profileurs et courantomètres de la gamme Nortek et une partie de ceux du constructeur RDI Instrument.

Ce banc de test et d'étalonnage a permis de mieux connaître ces profileurs de courant, et en particulier de constater que la plage de vitesse annoncée dans les spécifications des courantomètres, est minimale (elle dépend de la célérité du milieu). Il a permis de constater également que les mesures de l'effet Doppler sont d'une grande fiabilité. Leur incertitude dépend avant tout de la célérité et des charges en particules du milieu.

6. Références

1 – M. Le Menn**,** L. Pacaud, 'Calibration of currentmeters in direction: results obtained on a stock of instruments with a new calibration platform', *EDP science, Web of Conference et actes*, 17th International Congress of Metrology, Paris, 22 – 24 Sept. 2015. DOI: 10.1051/metrology/201501002

2 - M. Le Menn, A. Lusven, E. Bongiovanni, P. Le Dû, D. Rouxel, S. Lucas, L. Pacaud, 'Current profilers and currentmeters compass and tilt sensors errors and calibration', *Meas. Sci. Technol.*, 25 (2014) 085801 (6pp)

3 - Le Menn M., Le Goff M., 'A method for absolute calibration of compasses', *Meas. Sci. Technol.*, 18, 1614-1621, (2007)

4 – Lhermitte R., Serafin R., ' Pulse-to-pulse coherent Doppler sonar signal processing techniques', *J. of Ocean. and Atm. Technol.*, 1, 4, 293-308, (1984).

5 – J. Dillon, L. Zedel, A. E. Hay, 'Simultaneous Velocity Ambiguity Resolution and Noise Suppression for Multifrequency Coherent Doppler Sonar', *J. of Ocean. and Atm. Technol.*, 29, 450-463, 2012.

6 – A. Lohrmann, B. Hackett, L. P. Roed, 'High resolution measurements of turbulence, velocity and stress using a pulse-to-pulse coherent sonar', *J. of Ocean. and Atm. Technol.*, 7, 19-37, 1990.

7 – RD Instruments, Technical note FST 004, August 1999.

8 - BIPM, 'Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement', JCGM 100:2008, GUM 1995 with minor corrections, 2008.

Corresponding author: Le Menn Marc, CS 92803, 29228 Brest Cédex 2, phone: (0) 2 56 31 23 87, e-mail: marc.lemenn@shom.fr

Plate-forme tournante instrumentée pour la dynamique des fluides de l'environnement

Muriel Lagauzère[(1)], Samuel Viboud[(1)], Thomas Valran[(1)], Joël Sommeria[(1)]

Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble-INP, LEGI, 38000 Grenoble, France

1. Introduction

La plateforme Coriolis, 13 m de diamètre (cf. Figure 1), est la plus grande plateforme tournante au monde dédiée à la mécanique des fluides. Elle a été construite en 2014 sur le modèle d'une ancienne installation datant de 1960. La conception des systèmes de contrôle-commande et d'instrumentation a cependant été entièrement revue selon les standards actuels.

Son activité principale est la modélisation expérimentale des écoulements géophysiques, avec prise en compte de la rotation de la Terre, en présence ou non de stratification en densité ou de topographie. Les grandes dimensions permettent d'approcher les régimes inertiels qui caractérisent la dynamique océanique ou atmosphérique, avec une faible influence de la viscosité et de la force centrifuge (assimilable à une composante radiale de la gravité apparente). Les processus complexes multi-échelles d'instabilités et de mélange turbulent peuvent ainsi être reproduits en similitude.

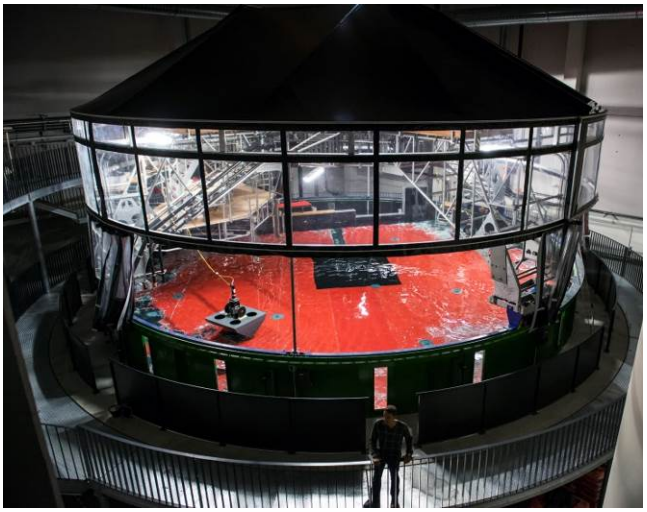


Figure 1. La plate-forme tournante « Coriolis »

La similitude avec les milieux naturels repose sur quatre paramètres sans dimension qui représentent respectivement les effets de viscosité, de Coriolis, de stratification en densité (obtenue par salinité ou température), et le rapport géométrique entre échelles horizontales L et verticales H.

• le nombre de Reynolds UH/ν représentant l'importance des effets de la viscosité cinématique ν;

• le nombre de Rossby $U/(L\Omega)$ représentant l'influence de la rotation ambiante, de vitesse angulaire Ω ;

• le nombre de Froude interne $U/(LN)$ représentant l'influence de la stratification en densité, caractérisée par $N=(g\delta\rho/\rho H)^{½}$, fréquence d'oscillation verticale des particules fluides dans un milieu dont la densité décroit relativement de $g\delta\rho$ sur la hauteur H;

• le rapport d'aspect L/H.

Les milieux naturels (aux échelles intermédiaires, 10-100 km pour l'océan) sont caractérisés par des nombre de Reynolds élevés, des nombres de Rossby et de Froude petits ou de l'ordre de 1, et de grands rapports d'aspect. La plate-forme « Coriolis » permet de reproduire les nombres de Froude et de Rossby, tout en approchant les conditions de grand rapport d'aspect et de grand nombre de Reynolds propice à la turbulence.

2. Caractéristiques techniques de la plate-forme

2.1 Mécanique

La plate-forme proprement dite est un plateau tournant nervuré en béton armé de diamètre 16 m et d'épaisseur 0.8 m. Une virole métallique circulaire, de hauteur 1,20 m, y délimite une cuve de diamètre intérieur 13 m. La bande extérieure restante jouxte une passerelle circulaire fixe permettant l'accès des personnes. Le tout est surmonté d'un portique support d'instrumentation et de caméras, ainsi que d'une paroi extérieure protégeant les expériences du vent dû à la rotation. Le fond de cuve et la virole périphérique sont équipés de fenêtres en verre pour la visualisation et l'éclairage.

La charge totale est de 225 tonnes à vide, augmentée d'une masse d'eau pouvant atteindre 130 t. Elle repose d'une part sur un roulement à bille conique central et d'autre part sur un rail périphérique roulant sur un ensemble de 20 galets. Parmi ceux-ci 10 galets sont équipés d'un moteur régulé pour entraîner la plate-forme. Sa période de rotation peut être réglée entre 10 s and 6000 s, avec une stabilité relative de 10^{-4}. La puissance de chaque moteur est de 3,5 kW. La charge sur chaque galet est mesurée en permanence par capteur piézoélectrique, ce qui permet une répartition équilibrée des charges par un réglage fin de hauteur de chaque galet et du roulement central. Ces réglages permettent aussi un ajustement fin de l'horizontalité, avec une précision de 0,01 mm sur 13 m.

Tout le système est contrôlé numériquement par un automate piloté par une Interface Homme Machine (IHM). Ceci inclut un contrôle de la mécanique, de la partie électrique et du réseau hydraulique complet des installations.

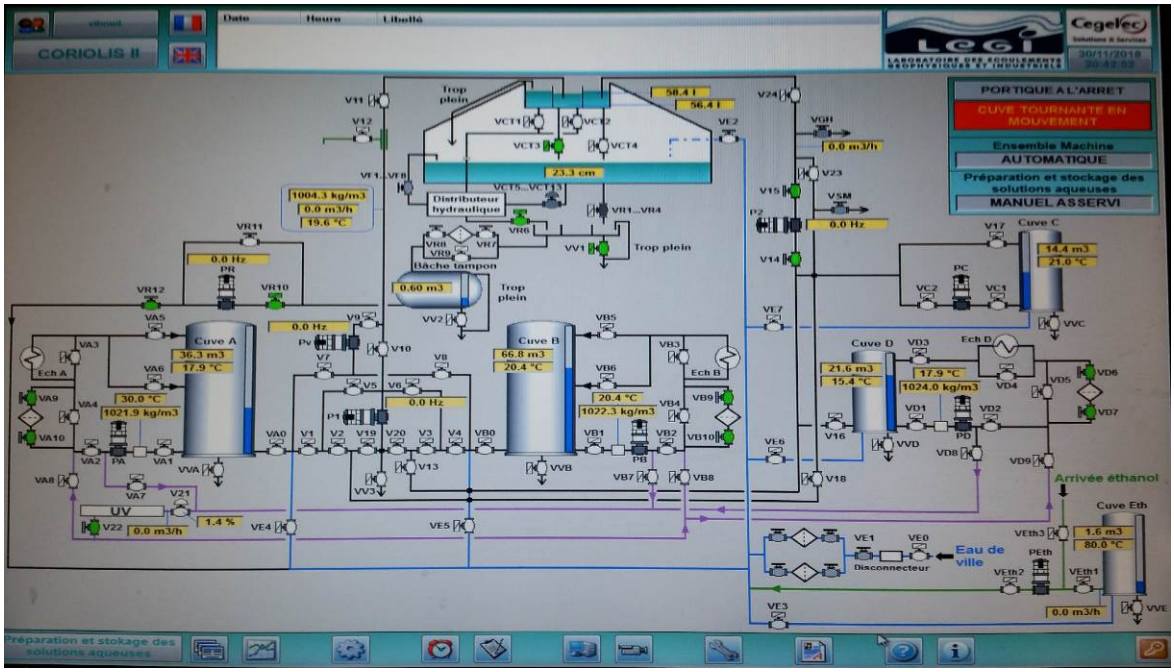


Figure 2. Interface du logiciel de contrôle commande hydraulique

2.2 Hydraulique

Un système hydraulique permet de préparer de l'eau de salinité et température contrôlées dans deux grandes cuves de capacité 100 m^3 chacune, représentées par A et B sur le schéma de la Figure 2. Le sel est introduit sous forme de galets solides dans une cuve de capacité 30 m^3 (cuve C), la dissolution étant favorisée par une circulation d'eau en circuit fermé. Une 4^e cuve D de 30 m^3 peut être utilisée pour préparer une solution de densité différente de A et B. Enfin une 5^e cuve de 10 m^3 permet de préparer une solution d'éthanol utile pour réaliser une stratification en densité à indice de réfraction constant.

La cuve d'expérience est alimentée par un mélange issu des cuves A et B en proportion contrôlée numériquement grâce à une pompe volumétrique. Cela permet d'introduire en fond de cuve une eau de densité variable permettant de réaliser une stratification en densité de profile contrôlé. Pour éviter le

mélange vertical lors de cette opération, le flux est réparti en fond de cuve sur un ensemble de … orifices équipés de disques minces diffusant le flux horizontalement (diamètre 1 m). Le flux issu des cuves A et B passe respectivement par deux petites cuves collectrices concentriques situées en hauteur sur l'axe, ce qui permet un remplissage pendant la rotation. Le cas de stratification le plus standard est un gradient constant de densité (stratification linéaire). On peut aussi réaliser une stratification multicouche constituée de couches homogènes de densité différente, ou une stratification décroissant avec la profondeur de façon exponentielle, qui représente bien la situation océanique.

Chaque orifice de fond de cuve est équipé d'une électrovanne permettant de contrôler son ouverture. Ceci permet aussi de vider la cuve, ce qui est possible pendant la rotation grâce à un collecteur circulaire entourant le roulement central. Un système de recyclage et purification à l'ozone permet de récupérer l'eau de vidange. Celle-ci peut être ensuite réintroduite dans les cuves principales A et B (sans toutefois en extraire le sel).

2.3 Systèmes électriques et informatiques

Un système de contacts tournants permet d'amener le réseau électrique 220 V sur la plate-forme en rotation, pour alimenter instruments, ordinateurs, lasers et autres systèmes d'éclairage, La puissance totale disponible est de 100 kW. Cela permet aussi de réaliser du chauffage électrique pour expériences de convection thermique.

Les données des instruments et les images de caméras sont numérisées sur la plate-forme et transmis sur le réseau informatique du laboratoire grâce à une fibre optique monomode à 10 Gbits/s. Un contact tournant situé sur l'axe de rotation permet la liaison entre fibre fixe et fibre mobile.

3. Instrumentation

Le matériel de mesure comporte des vélocimètres à ultra-sons, des profileurs de salinité et de température. Les mesures sont de plus en plus axées sur le traitement numérique d'images. Les champs de concentration en colorant sont ainsi obtenus par fluorescence laser (LIF), et les champs de vitesse par corrélation d'images (PIV). Ces techniques permettent des mesures tridimensionnelles en volume par un système de balayage de plan laser.

3.1 Les sondes de conductivité

Les sondes de conductivité utilisées proviennent de la société pme[1]. Elles mesurent la conductivité électrique locale de la solution par un système à 4 électrodes, dont deux servent à introduire le courant et deux autres à mesurer la différence de potentielle associée (cf. Figure 3). Ces sondes sont associées à un dispositif électronique qui intègre un pont ainsi qu'un préamplificateur en extrémité du support de sonde pour limiter les parasites électriques. La précision correspond à 1% de l'étendue de mesure.

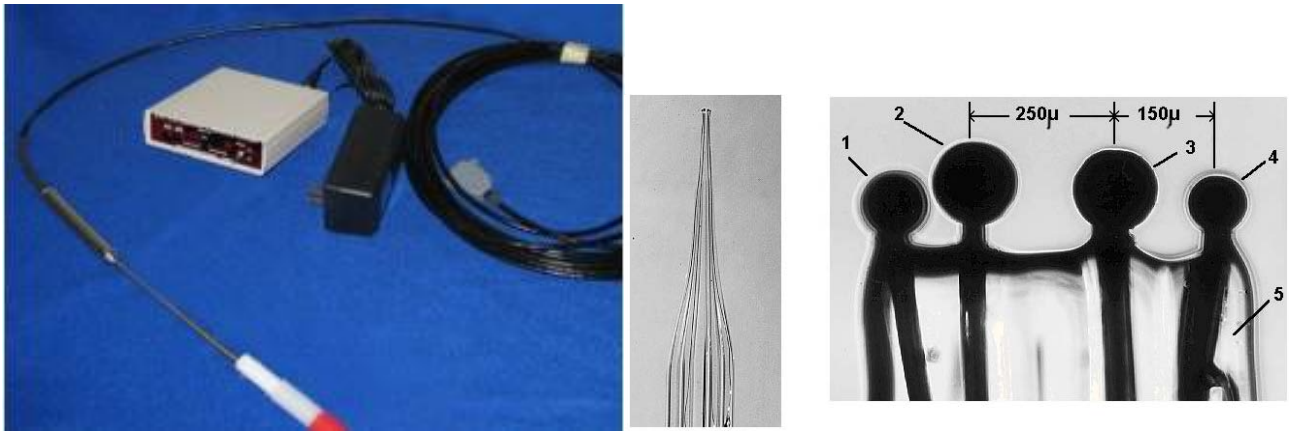


Figure 3. Sondes de conductivité utilisée (société pme), avec zoom sur le capteur à 4 électrodes (à droite)

La conductivité, de même que la densité, dépendent principalement de la salinité. La dépendance en température n'est cependant pas toujours à négliger. Un capteur de température à thermistance

proche de la sonde de conductimétrie permet de traduire la conductivité en densité, avec la correction appropriée en température. C'est en effet la densité qui est la quantité pertinente pour la dynamique.

Ce dispositif est donc composé de deux sorties analogiques, l'une linéairement proportionnelle à la conductivité de la solution (±5V) et l'autre dépendant non linéairement de la température, en lien avec la dépendance non-linéaire de la résistance électrique de la thermistance. Les signaux sont envoyés par câble coaxial sur une carte d'acquisition A/D pilotée par le logiciel Labview, qui pilote aussi des séquences de déplacement sur trois axes permettant d'obtenir des profils de densité (voir section 3.3).

3.2 Le vélocimètre acoustique

Le Vectrino (cf. Figure 4) est un vélocimètre acoustique haute résolution utilisé pour mesurer les fluctuations de la vitesse de l'eau avec ses trois composantes dans un petit volume (6 mm) et à des fréquences d'échantillonnage allant jusqu'à 200 Hz. Il est possible de sélectionné la gamme de vitesses à mesurer de façon logicielle (jusqu'à 4 m/s). Il peut être appliqué dans une variété d'environnements, des laboratoires hydrauliques - où il est considéré comme un équipement standard - à l'océan. Il est idéal pour les mesures de débits proches de la couche limite ou pour capter tout phénomène dynamique dans un réservoir hydraulique.

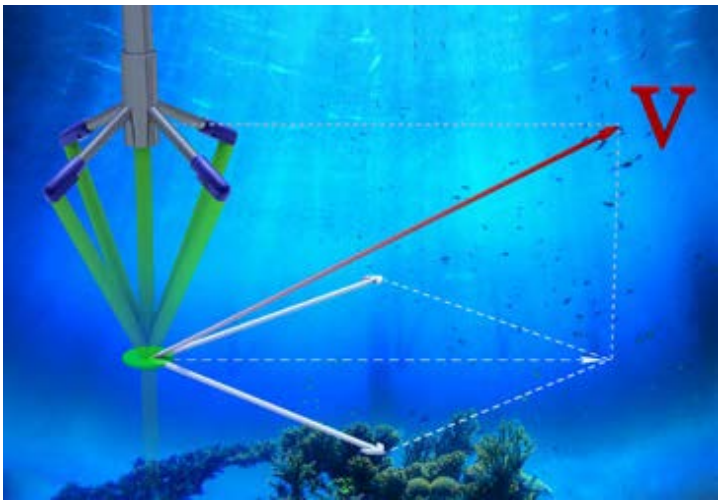


Figure 4. Mesure par Vectrino

Les mesures par dispositif Vectrino sont couplées au système de déplacement motorisé des sondes. A chaque arrêt du déplacement, un signal numérique est envoyé pour déclencher la mesure par vélocimétrie acoustique.

3.3 Motorisation et logiciel d'acquisition de données et de déplacement des sondes

Sondes et instruments peuvent être déplacés par un ensemble de trois systèmes de translation linéaire de course 1 m. Ceux-ci sont motorisés et asservis en position (vendus par Schneider), et guidés sur des rails équipés chacun de deux fins de course. Les moteurs brushless sont alimentés par trois variateurs Lexium équipés d'une carte Ethernet pour la communication Modbus TCP. La technologie de ces variateurs est du temps réel ce qui signifie que chaque variateur attend la réception d'une écriture dans ses registres toutes les 120 ms. En cas de non réception d'une écriture, la communication avec le variateur est coupée.

Cette technologie permet de gérer rapidement de façon logicielle les arrêts d'urgence et les remises à zéro d'erreurs. Par contre, il nécessite une programmation adéquate pour la gestion de ce temps réel intégrant des événements logiciels. Pour une meilleure précision dans nos déplacements de sondes, nous avons fait le choix d'un codeur absolu de haute précision de 128 lignes par pas de moteur.

Le logiciel d'acquisition et de contrôle commande (programmé sous Labview, cf. Figure 5) permet le déplacement d'un, de deux ou de trois axes de façon simultanées ou non. Les déplacements peuvent être la réalisation d'un mouvement absolu, relatif ou bien une séquence de mouvements.

Les données d'instruments sont enregistrées de façon synchronisée au déplacement, grâce une carte d'acquisition A/D National Instrument. Les vélocimètres acoustiques sont activés à chaque arrêt de déplacement par une sortie numérique TTL de la carte d'acquisition. Ceci déclenche également un autre système de génération de signaux TTL destiné à déclencher les images de cameras.

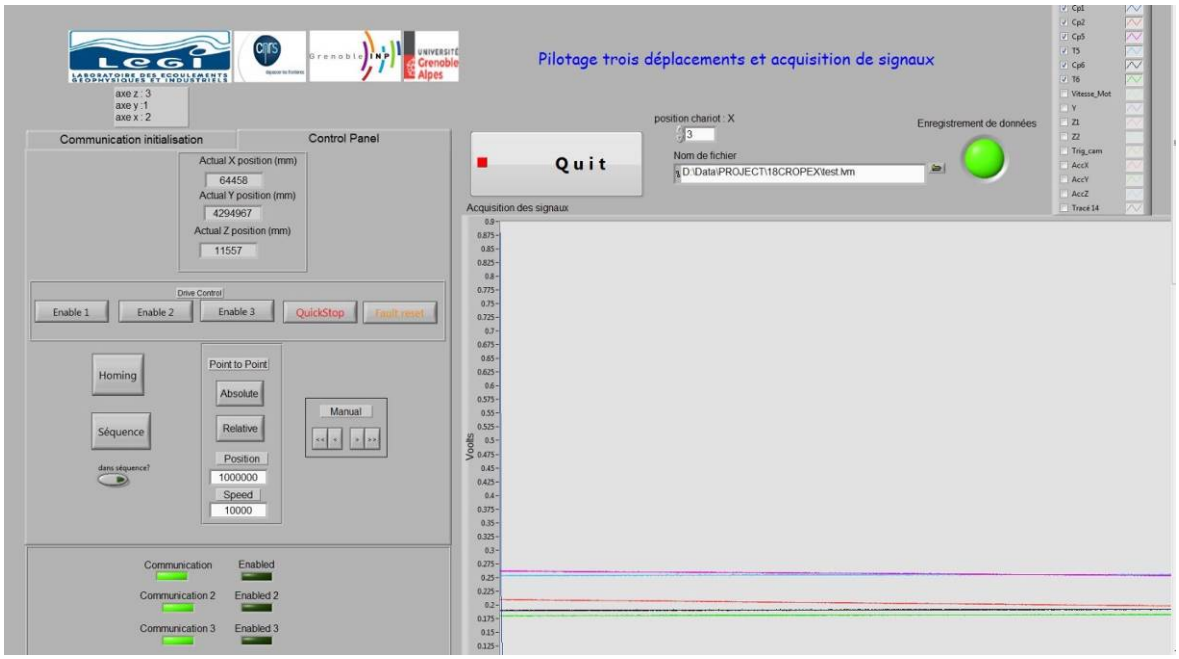


Figure 5. Panneau de commande du logiciel d'acquisition A/D et de contrôle du déplacement de sondes (développé sous Labview)

3.4 : Mesures par imagerie

Deux lasers Yag continus (longueur d'onde 532 nm après doubleur de fréquence) sont disponibles, de puissance 6 et 25 Watts respectivement, permettant de réaliser des nappes laser verticales ou horizontales. La nappe est produite par un miroir oscillant (fréquence 100 Hz), par un barreau lentille cylindrique, ou par un miroir tournant incliné à 45° (cf. Figure 6). Ce dernier, situé sur l'axe central, permet d'éclairer l'ensemble de la cuve par une nappe horizontale. L'épaisseur de nappe est typiquement de 5 mm. La nappe elle-même peut être déplacée pour balayer un volume. Ceci permet de faire de la LIF (Laser Induced Fluorescence) en volume, ou d'obtenir le champ de vitesse par PIV (Particle Imaging Velocimetry PIV), cf. Figure 6. Plusieurs types de particules en plastique sont utilisés pour ensemencer le fluide avec une densité proche de l'eau pour limiter la sédimentation.

Trois modes opératoires peuvent être alors utilisés. Le mode « multi-niveau » consiste à acquérir plusieurs images au même niveau, puis recommencer à une position différente. Cela permet de balayer un volume en moyenne, mais ne donne pas la structure 3D à un instant donné. La technique de balayage en volume consiste au contraire à balayer rapidement un volume à deux reprises, et à comparer les images dans les deux séries[2]. Deux approches sont alors possibles : soit comparer deux à deux les images à chaque niveau, produisant des champs 2D en volumes[3] (les vitesses mesurées étant des projections perpendiculaires à la prise de vue). La deuxième approche consiste à considérer les deux séries d'images comme des images 3D et d'en déduire le champ de vitesse 3D. Le temps de calcul est alors nettement supérieur et la méthode nécessite de balayer le volume avec une bonne résolution.

Plusieurs cameras peuvent être utilisées simultanément, soit pour couvrir un champ plus grand, soit pour combiner vue à grande échelle et zoom local, soit pour obtenir des champs de vitesse à 3 composantes par vision stéréoscopique[4]. Enfin deux cameras peuvent être utilisées pour combiner

une mesure simultanée de champs de vitesse par PIV avec une mesure de champs de concentration par LIF[5]. Le colorant fluorescent est introduit avec l'eau salée est sert de marqueur de la salinité, donc de la densité, durant les processus de mélange.

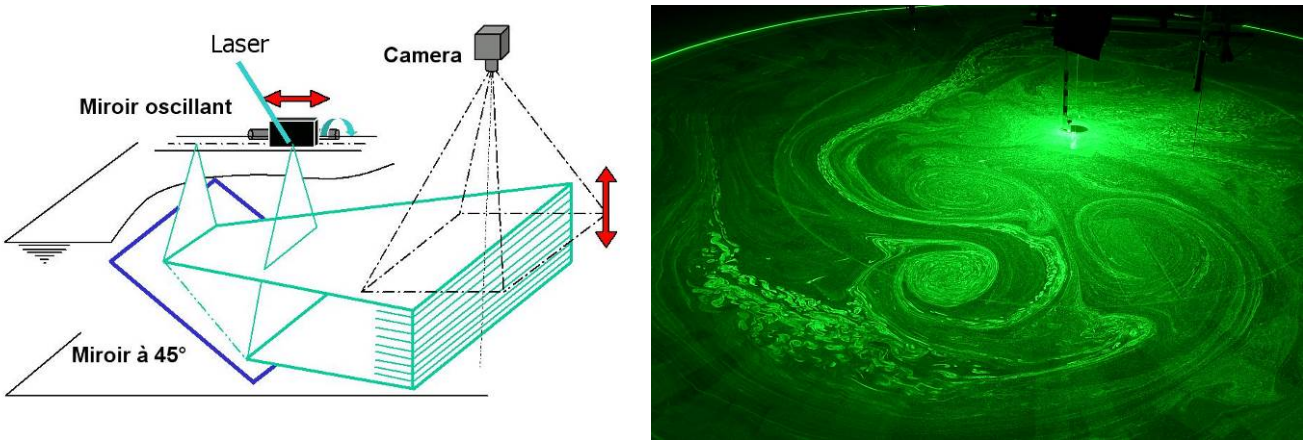


Figure 6. Système de translation de tranche laser (schématisé à gauche), et miroir tournant permettant d'éclairer la totalité de la cuve (13 m de diamètre) par une nappe laser (photo à droite). Le milieu est ici ensemencé de particules de plastique (pliolite) de diamètre 60 µm.

4. Références

1. https://www.environmental-expert.com/products/pme-model-125-microscale-conductivity-and-temperature-instrument-mscti-62609.
2. O. Praud, J.Sommeria, and A. M. Fincham, «Decaying grid turbulence in a rotating stratified fluid», *J. Fluid Mech.* 547, pp 389-412 (2006).
3. G. Delerce et al. "Vélocimétrie par imagerie de particules 3 dimensions 3 composantes." *Colloque FLUVISU 11*. (2005).
4. Q. Aubourg, A. Campagne, C. Peureux, F. Ardhuin, J. Sommeria, S. Viboud, and N. Mordant, « Three-wave and four-wave interactions in gravity wave turbulence », *Phys. Rev. Fluids* 2, 114802 (2017).
5. A. Stern et al., «The effect of geometry on ice shelf ocean cavity ventilation: a laboratory experiment », *Experiments in Fluids* 55.5, pp 1719 (2014).
6. A.Cuthbertson et al. «Blockage of saline intrusions in restricted, two-layer exchange flows across a submerged sill obstruction», *Environmental Fluid Mech.* 18.1, pp 27-57 (2018).

Le système de surveillance microclimatique en continu, une aide à la gestion de la Grotte de Lascaux (Montignac, France)

Nicolas HOUILLON[(1)], Philippe MALAURENT[(1)], Jean-Christophe PORTAIS[(2)], Fabien NAESSENS[(1)], Roland LASTENNET[(1)], Alain DENIS[(1)].

(1) Institut de Mécanique et d'Ingénierie (I2M), Université de Bordeaux
Bâtiment B18, Allée Geoffroy St Hilaire CS 50023, 33615 Pessac Cedex France
(2) Direction Régionale des Affaires Culturelles de la Nouvelle Aquitaine
54 Rue Magendie, 33000 Bordeaux, France

1. Introduction

La conservation de la Grotte de Lascaux nécessite d'entrer régulièrement dans la cavité par exemple pour surveiller l'état des parois ou pour effectuer des travaux de maintenance (Cf. Figure 1). Les apports de chaleur et d'humidité liés à ces interventions humaines modifient l'environnement microclimatique, ce qui pourrait conduire à des phénomènes physico-chimiques d'altération des parois. Les paramètres microclimatiques et les pressions partielles de dioxyde de carbone (pCO_2) sont suivis en continu dans la cavité et accessibles à distance à l'aide d'un superviseur. Ce système est un des outils utilisés par le gestionnaire notamment pour la prise de décision concernant la planification des interventions humaines dans la grotte.

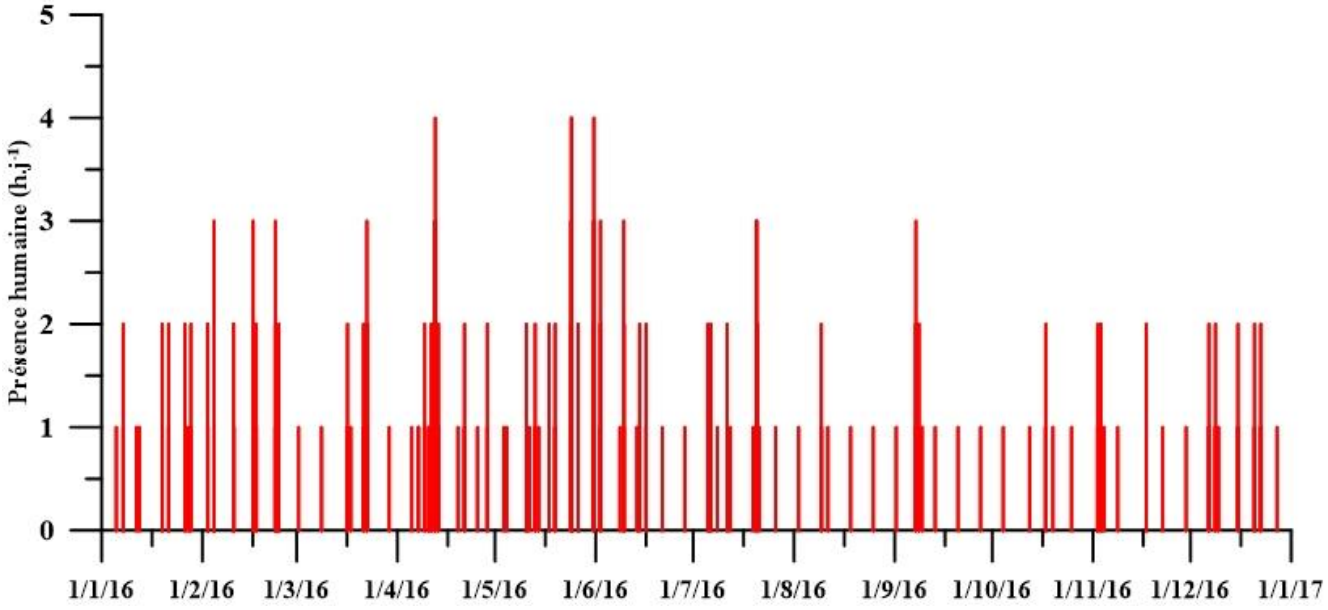


Figure 1. Temps de présence humaine dans la partie ornée de la cavité de Lascaux durant l'année 2016 (722 heures cumulées).

Ce résumé présente la façon dont est utilisée cette instrumentation pour la gestion de la cavité au quotidien mais aussi pour le management des risques encourus par les parois de cette cavité, classée monument historique depuis le 27 décembre 1940, fermée au public depuis le 17 avril 1963 et inscrite au Patrimoine mondial de l'humanité depuis 1979.

2. Le système de surveillance microclimatique de la cavité

Une surveillance des paramètres hydroclimatiques et des pCO_2 existe dans la grotte de Lascaux depuis 1963. Le dispositif a été modernisé en 1996, révisé et complété de nouveau en 2000, puis en 2011. Le système actuel comprend, pour ce qui concerne la grotte, plus de 130 capteurs différents répartis dans la zone ornée de la cavité, dans les SAS de protection, les Salles ensablées et la Salle des Machines (Cf. Figure 2).

15 carbonimètres sont installés dans la cavité afin de suivre au mieux l'évolution spatio-temporelle de ce paramètre central dans les processus de dissolution et de précipitation de calcite sur les parois ornées. Toutes les valeurs de pression partielle de dioxyde de carbone (pCO_2) sont mesurées par

des capteurs de CO_2 Infrarouge (Vaisala GMP 221) calibrés à l'aide de gaz étalons. Les mesures de pCO_2 effectuées à des températures et pression différentes des conditions régnant lors de la calibration doivent être corrigées. La compensation effectuée est similaire pour toute mesure réalisées à partir de capteurs NDIR (NonDispersive InfraRed) et basée sur la loi des gaz parfaits. Celle-ci peut être faite à partir de l'équation 1 :

$$\text{Eq. (1)} \quad pCO2_{\text{corrigée}} = pCO2_{\text{mesurée}} * \left(\frac{1013*(T+273)}{289*P}\right)$$

Avec pCO_2 en % ou ppm, T la température en °C et P la pression atmosphérique en hPa. Où 1% de pCO_2 est équivalent à 10 000 ppm.

Les pressions partielle d'oxygène (pO_2) sont quant à elles mesurées à l'aide de capteurs chimiques (FY9600O_2, Alhborn). Les mesures de température sont réalisées à l'aide de sondes PT100 situées dans l'air et dans la roche. L'étalonnage inter-sondes, réalisé avant leur mise en place définitive, permet d'atteindre une précision relative de quelques centièmes de °C.

Ces capteurs sont positionnés à des points choisis en fonction de la connaissance de l'aérologie de la cavité et en tenant compte des contraintes liées à la préservation de l'art pariétal. La stratégie d'échantillonnage passe en particulier par l'installation de couples de mesure (air et roche) dans les différentes salles de la cavité. La différence entre les deux températures est considérée comme un indicateur de la présence probable de processus de condensation (Troche < Tair) ou d'assèchement (Troche > Tair). Au total, 55 points de mesure de température (air et roche) sont à notre disposition dans les parties ornées de la cavité. La pression atmosphérique à l'intérieur de la grotte est mesurée à l'aide de capteurs Vaisala. Le débit de l'émergence épikarstique (au toit du Sas 1 compartiment 3) est évalué à partir d'une mesure de niveau d'eau réalisée dans une citerne de relevage des eaux par un capteur de pression relative STS.

Les mesures effectuées par tous ces capteurs à l'intérieur de la cavité sont enregistrées toutes les minutes depuis 2012 par le logiciel AMR WinControl (Akrobit®) spécialement développé pour l'acquisition de données avec les enregistreurs Almeno (Alhborn®). L'interface graphique de ce superviseur est accessible à distance grâce à un serveur sécurisé.

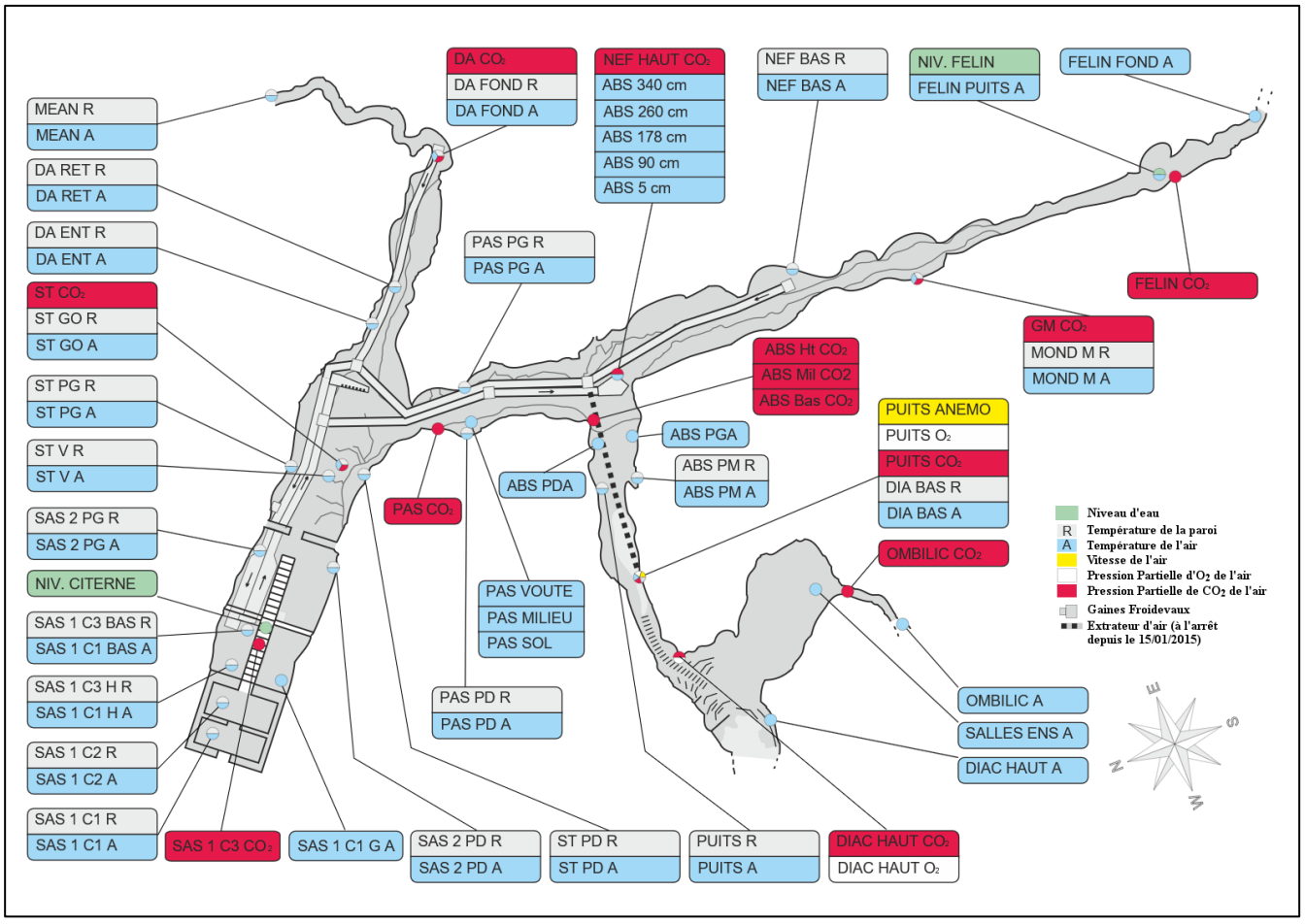


Figure 2. Synoptique de surveillance de l'ambiance climatique de la Grotte de Lascaux.

3. Application dans le cadre de la gestion au quotidien de la cavité

Le système de surveillance mis en place dans les années 1960 (suivi des températures de l'air et de la roche, mesures de l'humidité relative de l'air, de la teneur en CO_2) avait deux inconvénients majeurs : il fallait rentrer dans la cavité, il fallait s'approcher des capteurs de mesure.

Nous savons - grâce aux données acquises à Lascaux - que le fait d'ouvrir la porte entre le sas et la grotte modifie quasi instantanément les convections de l'air dans la cavité. Le fait de s'approcher par exemple des thermomètres au mercure (qui initialement étaient donnés au 0,05 °C) se traduit par une élévation du mercure dans la colonne de mesure (rayonnement). Toutes les mesures étaient donc approchées. Le pas de relevé des tournées de mesure était quotidien, de ce fait les phénomènes à des fréquences plus élevées ne pouvaient pas être appréhendés (comme la variation journalière de la pression atmosphérique qui tend à augmenter le matin et pendant la nuit, qui baisse l'après-midi par suite du réchauffement diurne, surtout durant l'été). Le temps de remise en équilibre de la cavité après une intervention était impossible à suivre.

La mise en place d'un premier système de supervision dès 1996 a permis une grande avancée dans la compréhension des régimes aérologiques de la cavité et nous a permis d'envisager la création d'un simulateur numérique des écoulements aérologiques [1]. Depuis, le nouveau superviseur (pas de mesure d'une minute) consultable à distance nous permet de suivre presque en temps réel les phénomènes (reprise ou variations du débit de la nappe temporaire, permettant de décider d'aller prélever ; élévation de la température de l'air jugée trop élevée et donc arrêt de l'intervention en cours, taux de CO_2 élevé interdisant une intervention longue dans la cavité pouvant mettre en danger les intervenants).

Le superviseur permet en outre de conserver les mesures sous forme de tableau numériques exploitables très facilement. Les variations au pas de la minute nécessitent une grande sensibilité des capteurs, les variations naturelles en dehors d'épisodes particuliers étant limitées. La comparaison des températures entre air et roche d'une part et entre stations de mesure doit être significative, pour cela les capteurs sont tous calés par rapport à des sondes de références qui servent aussi de contrôle en cas de doute (dérive d'un capteur). Le suivi des écarts entre la température de l'air et celle de la roche en particulier au droit des parties ornées permet de gérer les entrées dans la cavité objectivement et de façon quasi chirurgicale et non en fonction de critères plus ou moins estimés (Cf. Figure 3).

Un des avantages non négligeables du superviseur est la possibilité de générer des alarmes (par téléphone ou par courriel). Il existe une alarme - électromécanique et indépendante du système de surveillance microclimatique - qui est asservie à un flotteur haut dans la citerne de récolement des eaux. Toutefois dans le superviseur a été défini un seuil de remplissage de la citerne inférieur au niveau d'alarme. En cas de dépassement de ce seuil les techniciens et ingénieurs du site sont informés ce qui permet d'intervenir avant que la hauteur d'eau critique soit atteinte, et ainsi d'anticiper peut-être sur une éventuelle défaillance de la pompe de relevage.

Ces fonctionnalités d'alarme permettent en outre une auto-surveillance du système, qui est paramétré pour signaler immédiatement tout défaut d'acquisition.

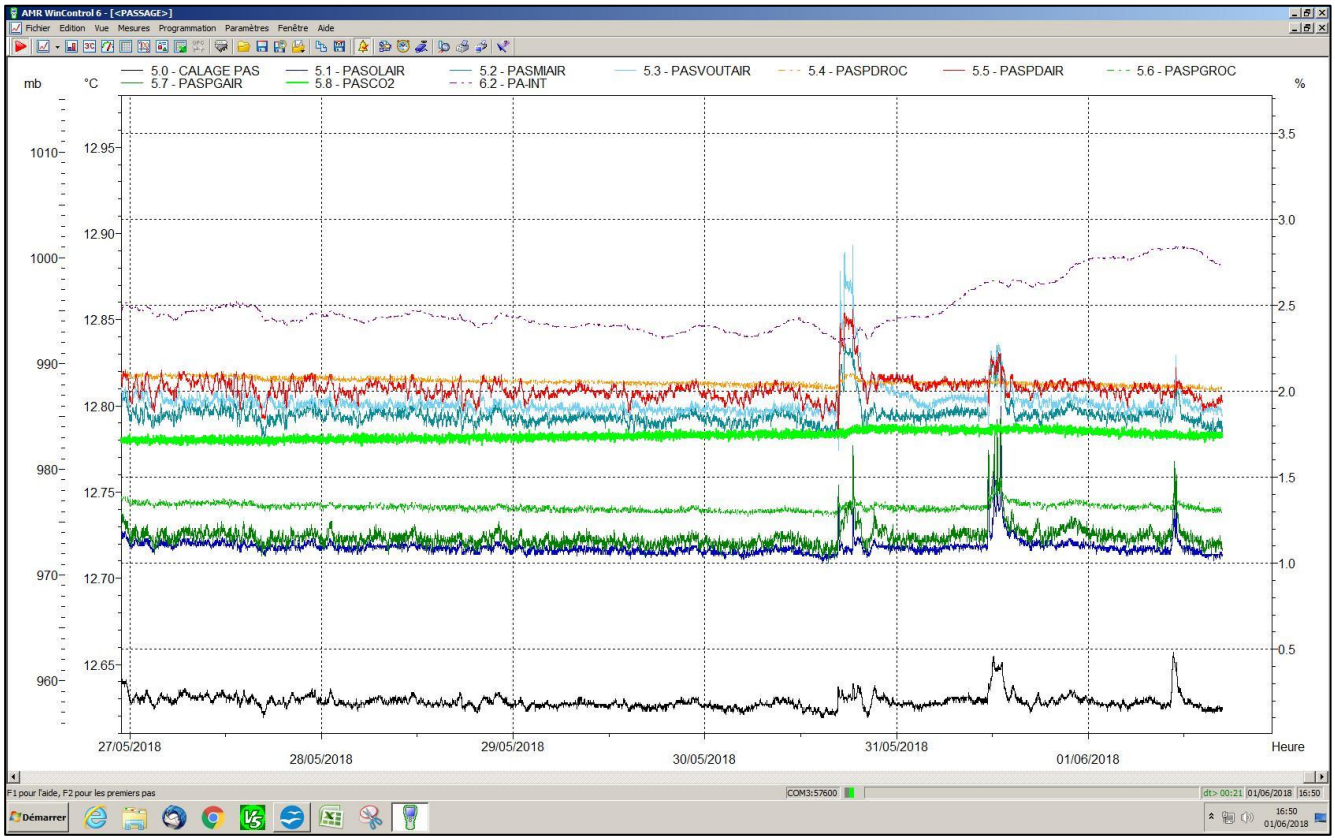


Figure 3. Suivi des paramètres microclimatiques dans la salle du Passage (Grotte de Lascaux). Les pics observés sur les séries temporelles de température témoignent d'une présence humaine dans la cavité.

4. Application dans le cadre d'une démarche de gestion des risques d'altération des parois induits par les interventions humaines dans la cavité

La gestion des interventions humaines dans la cavité de Lascaux devait évoluer vers l'utilisation d'un outil permettant une estimation objective des risques encourus par les parois vis-à-vis des phénomènes d'altération physico-chimiques en se basant sur les connaissances acquises.

C'est dans cette optique que le logiciel PARIETAL© (**PA**rois **RI**sques **E**valua**T**ion **A** **L**ascaux) a été conçu et développé afin de mettre en place une démarche de management de risque et d'aide à la décision pour le gestionnaire de la Grotte de Lascaux. PARIETAL© met en application les différentes connaissances acquises au cours des diverses études menées depuis les années 60. Les informations recueillies quant à la dynamique du CO_2 dans l'épikarst, l'hydrogéochimie des eaux et surtout l'aérologie de la cavité [2] ont permis de construire les différents modèles utilisés pour l'évaluation des risques d'altération physico-chimiques.

PARIETAL© permet d'évaluer en temps réel les risques de dissolution et de précipitation de calcite aux parois de la cavité par la prise en compte des données acquises par le système de surveillance microclimatique de la cavité. Il peut aussi construire des projections à partir des données acquises par le système au fil des années répertoriées dans une base de données.

Les évaluations effectuées relèvent de deux approches : déterministe d'une part et probabiliste par tirages Monte Carlo d'autre part (Cf. Figure 4). Les résultats des évaluations donnent au gestionnaire une vision des risques encourus lors des interventions humaines dans la cavité. Il peut ainsi gérer la planification des entrées dans la grotte en s'aidant du logiciel.

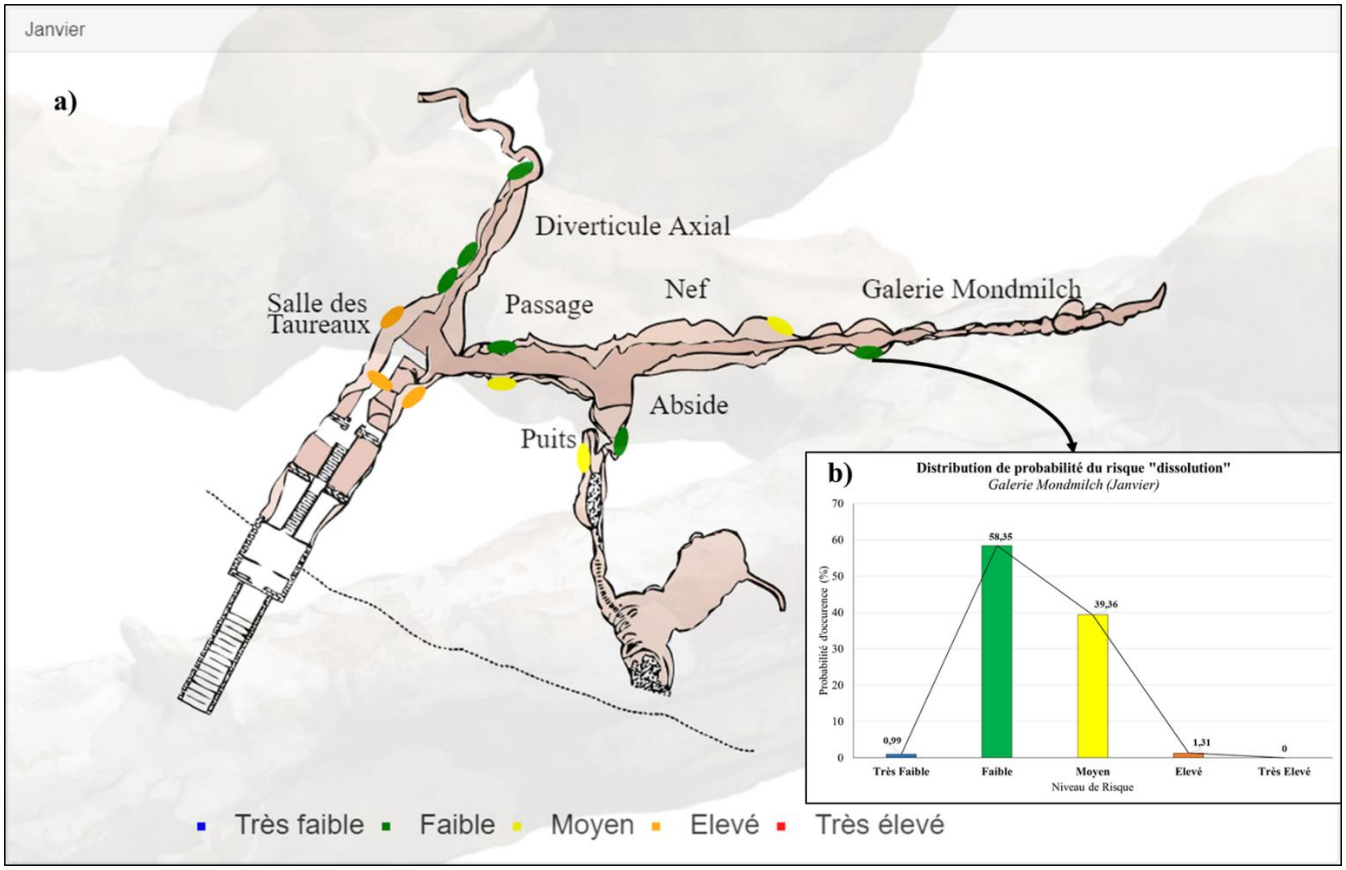


Figure 4. Exemple des niveaux du risque de dissolution des parois ornées évalués de façon déterministe (a) et probabiliste (b) à l'aide du logiciel PARIETAL©.

5. Conclusion

Le système de surveillance microclimatique autorise une visibilité à distance pour le conservateur et les ingénieurs chargés de la supervision de la Grotte de Lascaux. Il permet ainsi le suivi de l'impact thermique des interventions dans la grotte ainsi que la surveillance en temps réel d'épisodes climatiques particuliers (pluies extrêmes, tempêtes hivernales, *etc.*). La réactivité est donc optimisée et la gestion au quotidien de la cavité en est améliorée.

Parallèlement, afin d'aider à la gestion et à la planification des interventions humaines, les données issues du système de surveillance sont interprétées à travers un algorithme d'évaluation déterministe et probabiliste du risque de dissolution des parois ornées (logiciel PARIETAL© développé par I2M). Cet outil fournit au gestionnaire une base de décision objective pour la planification à court et long termes des interventions humaines potentiellement problématiques.

6. Références

1. D. LACANETTE, S. VINCENT, A. SARTHOU, Ph. MALAURENT, et J.-P. CALTAGIRONE. « An Eulerian/Lagrangian Method for the Numerical Simulation of Incompressible Convection Flows Interacting with Complex Obstacles: Application to the Natural Convection in the Lascaux Cave ». International Journal of Heat and Mass Transfer 52, n° 11-12 : 2528-42. https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2008.12.028, (2009).
2. N. HOUILLON, R LASTENNET., A. DENIS, Ph. MALAURENT, S. MINVIELLE, N. PEYRAUBE, "Assessing cave internal aerology in understanding carbon dioxide (CO_2) dynamics: implications on calcite mass variation on the wall of Lascaux cave (France)", Environmental Earth Sciences, Vol 76, N°170, https://doi.org/10.1007/s12665-017-6498-8, (2017). 0

Métrologie d'un site expérimental souterrain en domaine karstique

Lacanette Delphine[(1)], Malaurent Philippe[(2)], Portais Jean-Christophe[(3)], Naessens Fabien[(2)], Ferrier Catherine[(4)], Bassel Léna[(5)], Konik Stéphane[(6)], Bousquet Bruno[(7)], Chapoulie Rémy[(5)]

(1) I2M UMR 5295, Bordeaux-INP, 16 Avenue Pey-Berland 33607 Pessac
(2) I2M UMR 5295, Université de Bordeaux, Avenue des Facultés 33400 Talence
(3) Ministère de la Culture, DRAC Nouvelle Aquitaine Grotte de Lascaux 24290 Montignac
(4) PACEA UMR 5199, Université de Bordeaux, Allée Geoffroy Saint Hilaire 33615 Pessac
(5) IRAMAT-CRP2A UMR 5060, Université Bordeaux-Montaigne, Esplanade des Antilles 33607 Pessac
(6) Ministère de la Culture - Centre National de Préhistoire et PACEA UMR5199, 38, rue du 26ème R.I. 24000 Périgueux
(7) CELIA UMR 5107, Université de Bordeaux, Cours de la libération 33400 Talence

1. Introduction

Il existe des milieux souterrains dont le suivi climatique est très important. C'est le cas pour le stockage, mais aussi pour la conservation des sites patrimoniaux dont les grottes ornées font partie. Néanmoins, ils peuvent être difficiles à instrumenter en raison notamment de leur taux d'humidité avoisinant les 100% qui fragilise le matériel et rend certaines mesures difficiles. Par ailleurs, l'exiguïté de ces sites rend l'acheminement de l'instrumentation complexe et nécessite le développement de matériel portable. Les variations saisonnières de température sont faibles, à tel point qu'on ne peut se contenter de précision au dixième de degré pour en faire une analyse pertinente. Dans le cas des grottes ornées, un paramètre essentiel s'ajoute, à savoir le caractère non vulnérant de la mesure et la possibilité de relever les données à distance, notamment à partir d'un superviseur situé à l'entrée de la cavité, pouvant éventuellement envoyer les données via un réseau GSM.

2. La grotte laboratoire de Leye (Marquay, Dordogne)

La grotte de Leye est une grotte dépourvue d'intérêt archéologique localisée sur la commune de Marquay (Dordogne) non loin des Eyzies-de-Tayac, au cœur de la vallée de la Vézère. Elle a une morphologie typique des réseaux karstiques de cette vallée : elle est peu profonde et descendante dans sa première partie, puis devient subhorizontale.

La cavité a été sélectionnée suite à une prospection réalisée dans le bassin versant de la Vézère, secteur renfermant une forte concentration en cavités ornées inscrites sur la liste du patrimoine mondial de l'Unesco. Le choix s'est appuyé sur un ensemble de critères, préétablis en fonction des objectifs fixés, afin d'assurer la représentativité de la cavité par rapport au corpus des grottes ornées de la région : étage géologique, abondance et distribution des faciès d'altération, présence significative des fluides (CO_2, eau) et des concrétionnements. D'autres paramètres, d'ordre pratique, ont également été pris en compte, tels que l'accessibilité, la possibilité d'installation d'un équipement électrique suffisant pour l'instrumentation et les possibilités de modélisation numérique de la morphologie [1].

Une équipe pluridisciplinaire composée de géoarchéologues, physiciens, hydrogéologues, mécaniciens des fluides et métrologues s'attache à comprendre l'évolution des faciès de paroi [2-5].

3. Instrumentation pour le suivi climatique

L'instrumentation de la grotte de Leye a débuté en 2011 et s'est poursuivie jusqu'à aujourd'hui, pour atteindre une couverture de 40 capteurs de température et de 5 capteurs de CO_2 (Figure 1). L'alimentation électrique se fait via un câble depuis un hangar électrique situé à 700 m de l'entrée de la grotte. L'augmentation du nombre de capteurs au cours des ans a mené à des ajustements en terme d'alimentation, qui ont parfois provoqué des lacunes dans l'acquisition des données, notamment pendant l'année 2015.

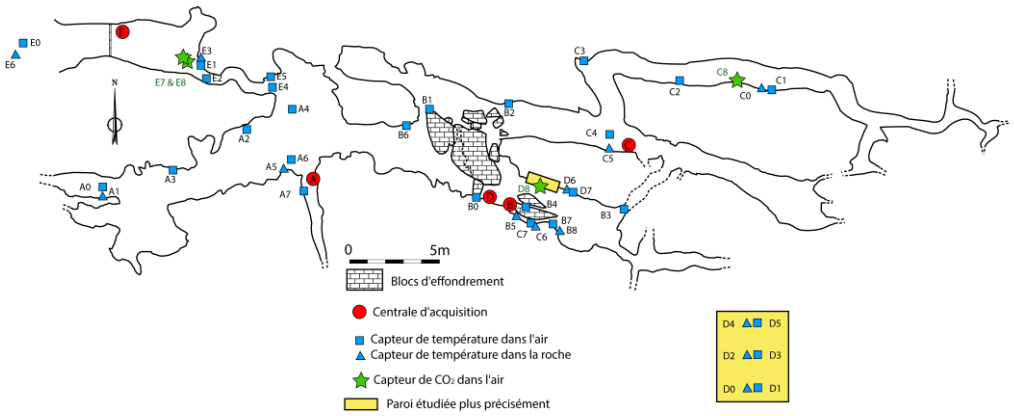


Figure 1. Carte de l'instrumentation de la grotte de Leye. La salle du Trône connaît une densité de capteurs plus importante car les parois sont étudiées plus précisément

Les capteurs de température sont des Pt100 avec des connecteurs qui ont une résolution de 0,001°C, ce qui permet d'approcher les températures avec une précision relative de 0,01°C. Les transmetteurs de CO_2 sont des VAISALA CARBOCAP GMT220. Des centrales d'acquisition 9 voies, de type ALMEMO 2890, recueillent les données de température et du taux de dioxyde de carbone. Elles sont portables, autonomes et possèdent 36 canaux et 2 sorties interfaces. La Figure 2 présente des couples de capteurs de température air/roche ainsi qu'un capteur de CO_2.

Figure 2. Positionnement des capteurs de température air/roche et capteur de dioxyde de carbone au premier plan sur la paroi gauche de la Salle du Trône de la grotte de Leye

La grande sensibilité de la mesure de température se justifie par les très faibles variations annuelles dans les milieux souterrains. En effet, l'onde thermique se transmet par le massif, par le transport des fluides (infiltrations) et les ouvertures potentielles. En traversant le massif, l'amplitude de l'onde est très fortement atténuée et déphasée. Dans une grotte comme Lascaux, qui n'a pas d'ouverture majeure vers l'extérieur, les variations annuelles sont de l'ordre de quelques dixièmes de degrés Celsius. Il est donc important de pouvoir déceler les variations du centième de degré Celsius. Dans la grotte de Leye, l'ouverture vers l'extérieur permet une communication qui entraîne une variation annuelle de 1 à 2 degrés Celsius.

4. Compréhension du fonctionnement global

La grotte de Leye communique largement avec l'extérieur par sa proximité avec la surface (entre 4 m et 12 m de profondeur uniquement) et par son ouverture directe sur l'extérieur. La section la plus étroite de l'ouverture sur l'extérieur est dans le méandre d'entrée, et mesure 1,2m de haut par 0,5m de large soit 0,6m^2. La morphologie descendante puis subhorizontale de la grotte lui confère un comportement de piège à air froid.

La centrale C (Figure 4) enregistre des valeurs de température (2 mesures de couples air/roche C0/C1, C4/C5 et 2 mesures dans l'air C2, C3) depuis 2011, deux mesures de température (couple air/roche C6/C7) et une mesure de CO_2 depuis 2016 (Figure 3).

Il est à noter que les lacunes correspondent à des problèmes d'alimentation électrique ou de défaut de matériel. Les pics de température correspondent aux interventions de l'équipe scientifique dans la cavité.

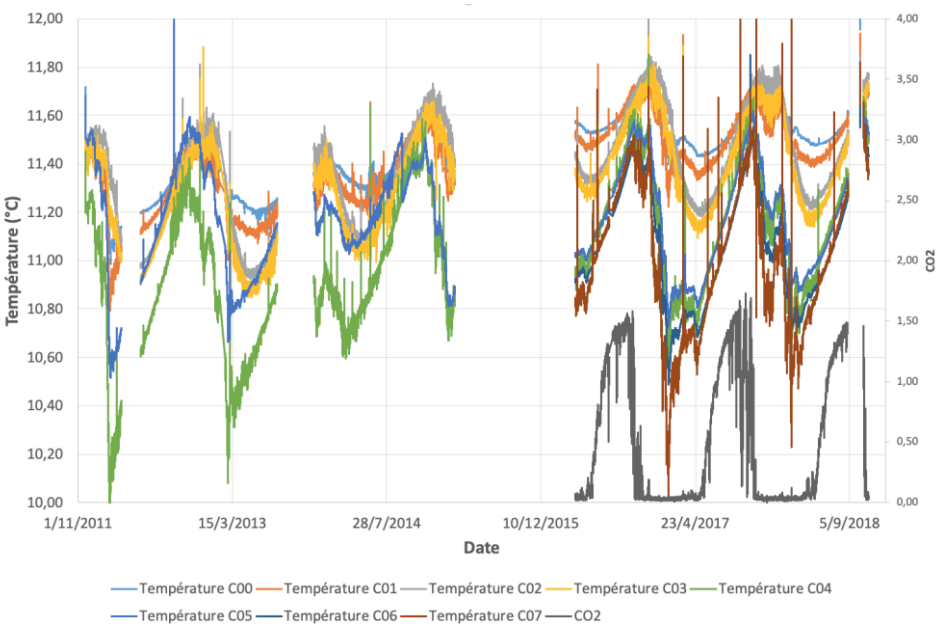


Figure 3. Variation des températures et du CO_2 depuis 2011

Les températures varient annuellement dans la grotte, avec un léger déphasage des températures C4, C5, C6 et C7 par rapport aux températures C0, C1, C2 et C3. La zone dans laquelle sont positionnés ces capteurs (C0 à C3) est séparée du reste de la grotte par un méandre visible sur la topographie (Figure 1). De plus, l'épaisseur de roche séparant cette zone de la surface est de 11 à 12 m, tandis que la zone dans laquelle sont placés les capteurs C4 à C7 est entre 9 et 10 m. La variation annuelle, directement liée au transfert thermique dans l'épikarst s'en trouve impactée. La zone plus superficielle connaît une augmentation de la température au printemps un mois et demi plus tôt que la zone plus profonde, ce qui est cohérent avec les estimations théoriques basées sur les travaux réalisés dans la grotte de Lascaux [6].

De plus, l'amplitude des températures C0 à C3 est nettement plus faible (de 0,2 à 0,7 °C) que celle des températures C4 à C7 (de 1 à 1,5 °C). Deux raisons sont à invoquer, la première est la même que celle pour laquelle les signaux sont déphasés. La zone des capteurs C0 à C3 étant plus profonde, l'amplitude des températures est moindre que celle des températures de la zone des capteurs C4 à C7. La seconde raison est le relatif isolement de la zone des capteurs C0 à C3 du reste de la cavité par le méandre et par la présence de concrétions qui contribuent à réduire l'ouverture de l'entrée de la galerie. La grotte de Leye communique avec l'extérieur, dès que les températures extérieures sont plus froides l'air pénètre profondément dans la cavité, mais l'air se met en équilibre avec son milieu à mesure qu'il chemine, et la frontière relative séparant la zone des capteurs C0 à C3 suffit à minorer son impact sur les températures minimales.

Cette dernière remarque justifie également la différence de moyenne des températures entre ces deux zones. Les températures sont en moyenne plus chaudes dans la zone plus isolée que dans le reste de la cavité.

Si l'on compare les évolutions des températures dans l'air C1 à C4, on observe une augmentation de la température de C4 à C3 puis C2 et C1, qui s'explique par la plus grande distance à l'entrée. Là encore, l'air se réchauffe car il se met en équilibre avec la température de la roche, la référence étant C0 pour C1, C2 et C3, et C5 pour C4. La température du capteur C0 reste

toujours supérieure à C1, les températures des capteurs C2 et C3, et C5 restent toujours supérieures à C4.

Le phénomène de condensation se produit lorsque la température de l'air est plus élevée que celle de la roche, c'est pour tenter de suivre ce phénomène que nous avons fait le choix de positionner le plus souvent possible des couples de capteurs, l'un dans l'air et l'autre dans la roche à proximité (Figure 2). L'analyse de l'évolution de ces températures donne des informations sur les possibilités de condensation dans ces zones (Figure 4).

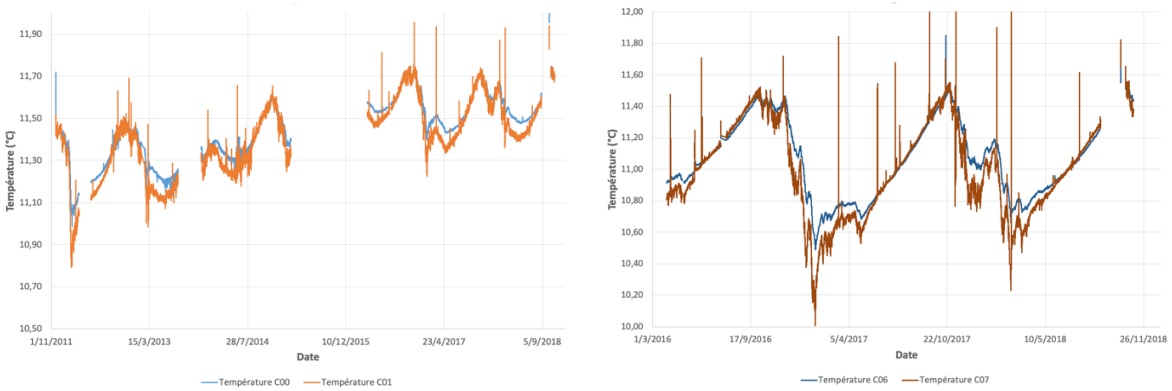


Figure 4. Évolution des températures dans l'air et dans la roche, g. températures C0 et C1 ; d. températures C6 et C7

La température de l'air C1 reste toute l'année plus faible que la température de la roche C0 (Figure 4g), les conditions favorables à la condensation ne sont pas réunies. On constate un échange de chaleur entre l'air et la roche, lorsque l'air extérieur plus froid pénètre dans la cavité, il a tendance à refroidir la roche, et lorsque la cavité n'échange pas avec l'extérieur, c'est la roche qui donne de la chaleur à l'air.

La température de l'air C7 reste la majeure partie de l'année plus faible que la température de la roche C6 (Figure 4d), lorsqu'elle est plus élevée, l'écart est de 0,02 °C au maximum, et n'est pas significatif pour permettre la condensation. Là encore, c'est l'air qui refroidit la roche lors des échanges avec l'extérieur, et c'est la roche qui réchauffe l'air dans les périodes de non communication avec l'extérieur.

Si l'on focalise sur l'année 2014 de la centrale C, sur le taux de CO_2 et sur la différence de température entre la Salle du Trône et l'extérieur, on peut mener une réflexion sur la façon dont l'air se renouvelle dans la cavité en fonction des saisons.

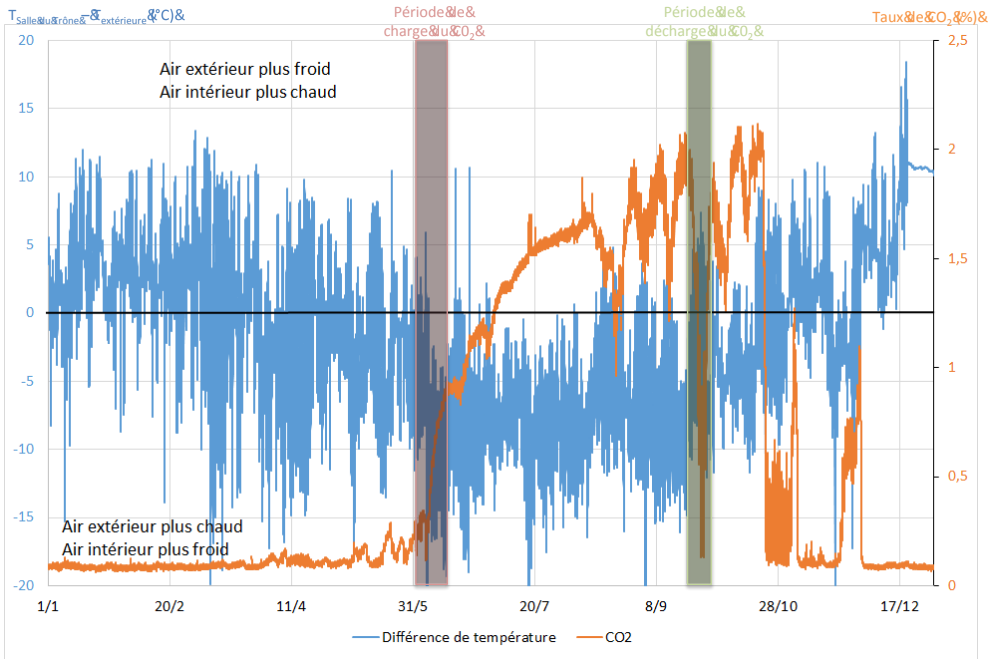


Figure 5. Variation de la température et du taux de CO_2 dans la Salle du Trône de la grotte de Leye en 2014

La mesure du CO_2 est intéressante car elle est un marqueur des mouvements d'air dans la cavité. En effet le massif est très riche en CO_2 et communique avec la grotte par la porosité et les fractures. Lorsque l'air stagne il s'enrichit rapidement en CO_2, pouvant passer de 0,1% à 1% en quelques jours, lorsque le taux diminue, c'est le signe du renouvellement par l'air extérieur.

Pendant les mois d'hiver, l'air extérieur est plus froid que l'air intérieur avec des écarts pouvant atteindre 13°C. L'air extérieur pénètre dans la cavité et chasse l'air intérieur, c'est pourquoi les taux de CO_2 sont très faibles. Pendant les mois d'été, l'air extérieur est plus chaud, ce qui provoque l'augmentation du taux de CO_2 dans la cavité par diffusion du CO_2 au sein du massif qui devient quasiment inerte (Cf. Figure 5).

Pendant les mois de printemps et d'automne, on assiste à une alternance jour/nuit avec des différences de température qui s'inversent, conduisant à des chasses de l'air intérieur pendant quelques heures avant une nouvelle montée de CO_2 liée à l'augmentation de la température de l'air extérieur. On note les variations très rapides du taux de CO_2 liées à la grande communication avec l'extérieur, la grotte étant de faibles dimensions avec une entrée descendante (Cf. Figure 5).

5. Discussion

Les incertitudes de mesure sont de plusieurs natures, liées à l'instrumentation elle-même, et à son positionnement. Le capteur A4 a été repositionné 10 cm à côté de sa position initiale (Figure 6) lors d'une campagne de calage des sondes entre elles le 17/07/2018.

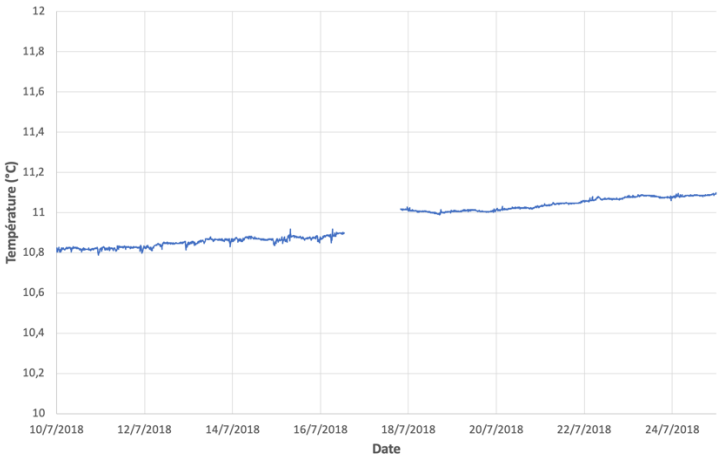


Figure 6. Variation de la température du capteur A4 après son déplacement de 10 cm dans l'air

On constate une variation de température de 0,10°C. L'écart est important car ce capteur est soumis aux variations des températures extérieures, il est positionné à 10 m de l'entrée, dans une zone descendante, fortement soumise aux échanges avec l'extérieur.

Par ailleurs, nous proposons de comparer l'évolution des températures dans la roche de la Salle des Taureaux de Lascaux et dans la roche de la grotte de Leye au capteur C5.

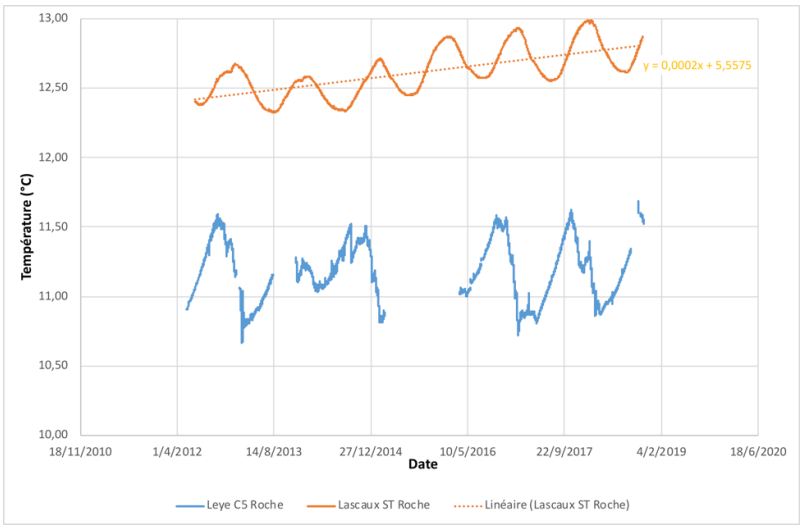


Figure 7. Comparaison des évolutions des températures de roche dans la grotte de Leye et dans la grotte de Lascaux entre 2012 et 2018

L'évolution annuelle des températures à Lascaux et à Leye suit le même comportement, avec un léger déphasage, que l'on peut imputer à la différence de profondeur de la position de la sonde par rapport à la surface du sol. La température moyenne de Leye est inférieure à celle de Lascaux de 1,5°C, cette différence est liée à la grande communication de la grotte de Leye avec l'extérieur, tandis qu'à Lascaux il y a nettement moins de communications directes avec l'extérieur. La variation de sa température est uniquement liée au transfert thermique dans l'épikarst, alors que celle de la grotte de Leye est une combinaison des deux influences de l'air extérieur, via l'épikarst et via l'entrée directement. La présence de lacunes liées aux problèmes d'alimentation électrique empêche de calculer une tendance, mais elle semble suivre celle de Lascaux sur les 7 années d'observation. Finalement, l'amplitude de la température de Leye est plus importante que celle de Lascaux, encore une fois à cause de l'influence directe de l'air extérieur dans le cas de Leye.

6. Conclusions

La grotte de Leye est instrumentée pour comprendre son fonctionnement climatique et constitue un site d'observation sur le long terme, au service de la recherche et de la conservation des grottes ornées paléolithiques. C'est la grande sensibilité des capteurs sélectionnés pour cette étude qui permet d'analyser finement les variations de température et de CO_2 qui peuvent être à l'origine de phénomènes de modification de l'état de surface des parois, et cause d'une éventuelle dégradation des surfaces pariétales.

7. Références

1. D. LACANETTE, D. LARGE, C. FERRIER, N. AUJOULAT, A. DENIS, V. JURADO, B. KERAZO, S. KONIK, R. LASTENNET, P. MALAURENT, C. SAIZ-JIMENEZ, « A laboratory cave for the study of wall degradation in rock art caves: An implementation in the Vézère area », Journal of Archaeological Science, Vol. 40, pp 894-903 (2013)
2. C. FERRIER, V. FERUGLIO, B. KERVAZO, S. KONIK, D. LACANETTE, P. MALAURENT, La grotte laboratoire de Leye (Marquay, Dordogne, France) : naissance d'un projet et actualité de la recherche, Hommage à Norbert Aujoulat, PALEO, numéro hors-série, pp 157-169 (2016)
3. F. AMMARI, L. BASSEL, C. FERRIER, D. LACANETTE, R. CHAPOULIE, B. BOUSQUET, Multi-block analysis coupled to laser-induced breakdown spectroscopy for sorting geological materials from caves, Talanta, Vol. 159, pp 287-291 (2016)
4. L. BASSEL, V. MOTTO-ROS, F. TRICHARD, F. PELASCINI, F. AMMARI, R. CHAPOULIE, C. FERRIER, D. LACANETTE, B. BOUSQUET, Laser-induced

breakdown spectroscopy for elemental characterization of calcitic alterations on cave walls, Environmental Science and Pollution Research, Vol. 24, n°3, pp 2197-2204 (2016)

5. R. CHAPOULIE, L. BASSEL, G. MAURAN, C. FERRIER, A. QUEFFELEC, D. LACANETTE, P. MALAURENT, B. BOUSQUET, V. MOTTO-ROS, F. TRICHARD, F. PELASCINI, V. RODRIGUEZ, Photons and electrons for the study of a white veil covering some walls in prehistoric caves, ACTA IMEKO, ISSN: 2221-870X, September 2017, Vol. 6, n°3, pp 82-86 (2017)
6. D. LACANETTE, P. MALAURENT, Prévision climatique dans la grotte de Lascaux, Karstologia, Vol. 63, pp 49-57 (2014)

Remerciements

Les auteurs remercient M. Delbos, propriétaire de la grotte, M. Dauzier, propriétaire riverain et M. Délibie, maire de Marquay, pour leur soutien indispensable aux recherches. L'aménagement de la grotte laboratoire de Leye a bénéficié de l'aide de la région Nouvelle Aquitaine, du CNRS, de l'Université de Bordeaux, de l'Université Bordeaux-Montaigne, de Bordeaux-INP et du Ministère de la Culture.

Electronique et systèmes embarqués

Développement d'acquisition de données d'un anémomètre sur carte Arduino

Muriel Lagauzère, Gabriel Moreau, Cyril Azzolina

Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, LEGI, 38000 Grenoble, France

1. Introduction

Le laboratoire LEGI situé sur le campus universitaire de Grenoble accueille environ 140 personnes dont la moitié sont des permanents. Il est spécialisé depuis sa création dans la mécanique des fluides, avec une forte approche expérimentale en partie due à ses nombreux grands équipements (Plate-forme Coriolis, Canal à Houle, Tunnel Hydrodynamique...). De très nombreuses acquisitions de données sont réalisées sur les expériences du laboratoire avec du matériel souvent surdimensionné en terme de nombre de voies et de fréquence d'échantillonnage. Un nouveau développement d'acquisition de données a été réalisé sur carte Arduino pour superviser le signal d'un anémomètre à coupelles (Cf Figure1) dans la soufflerie du LEGI. Une communication radio ainsi que l'utilisation d'un shield Ethernet ont été ajoutés à cette centrale d'acquisition afin de permettre des acquisitions à distance de l'expérience.

2. Développement d'une acquisition de données sur carte Arduino et enregistrement sur carte SD

Une pile 9 V sert d'alimentation à l'anémomètre à coupelles par le port Vin de la carte Arduino Uno. La sortie du capteur, un signal impulsion (10 Hz par nœud), est connectée à une entrée numérique de l'Arduino qui effectue le comptage de ces impulsions chaque seconde.

Dans un premier temps, l'enregistrement des données a été réalisé sur la mémoire EEPROM de l'Arduino. Cette mémoire est limitée à 1 ko (1024 octets). Nous avons rapidement saturé la mémoire EEPROM de la carte. Nous avons rajouté un shield SD (Cf. Figure 2) avec une carte SD (4 Go) pour augmenter les capacités de stockage et avoir un système d'acquisition de données autonome.

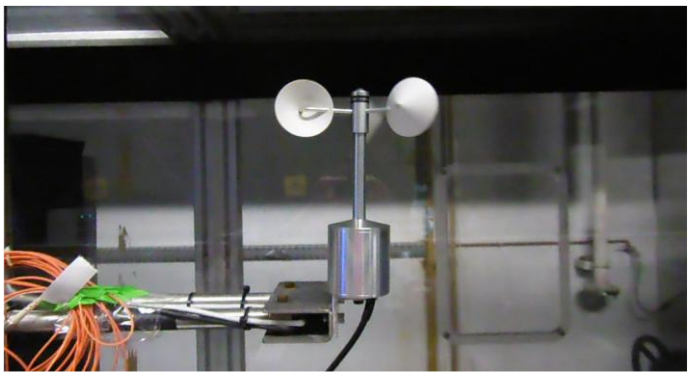


Figure 1. Anémomètre à coupelles

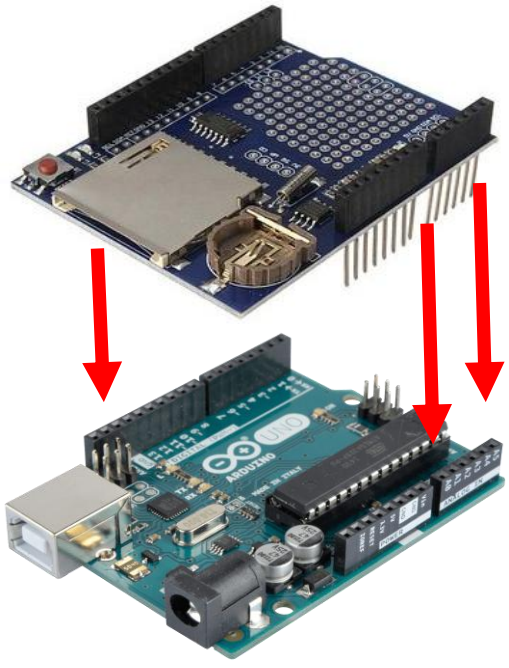


Figure 2. Shield SD sur carte Arduino

Nous avons pu réaliser des acquisitions de plusieurs heures grâce à l'ajout de cette carte SD. Un afficheur à deux lignes a été ajouté afin de lire l'évolution en temps réel de la vitesse de l'anémomètre en m/s.

Une calibration de ce système d'acquisition a été effectuée dans la soufflerie à bas niveau de turbulence du LEGI. Cette soufflerie est un des grands équipements du laboratoire. Elle permet d'atteindre des vitesses jusqu'à 50m/s dans la veine d'essai. L'anémomètre à coupelles a été calibré en utilisant la programmation sur carte Arduino, l'enregistrement sur carte SD et l'affichage de la vitesse sur un afficheur en comparaison avec un tube de Pitot placé dans le convergent de la soufflerie. L'écart entre les deux mesures s'est révélé être linéaire quelle que soit la position de l'anémomètre sur les quatre mètres de la veine d'essai.

3. Communication radio

Pour nous affranchir au mieux du bruit de la soufflerie et pouvoir superviser sa vitesse, nous avons développé un module de communication radio. La radiocommunication est réalisée à l'aide de deux cartes Arduino, d'un module émetteur 433MHz avec une antenne radio émettrice et d'un module récepteur avec une antenne radio réceptrice (Cf. Figure 3). La bibliothèque VirtualWire est requise pour la communication radio. Des essais ont été menés pour tester les limites en distance et en obstacles de cette communication. En utilisant de simples fils électriques de 173 mm de long comme antennes émettrice et réceptrice, des communications en ligne droite d'une centaine de mètres, de part et d'autre d'une cloison, ont été possibles, ce qui est largement suffisant dans notre configuration actuelle. Cependant, ces limites pourraient être repoussées par l'utilisation d'antennes rigides de plus longues portées.

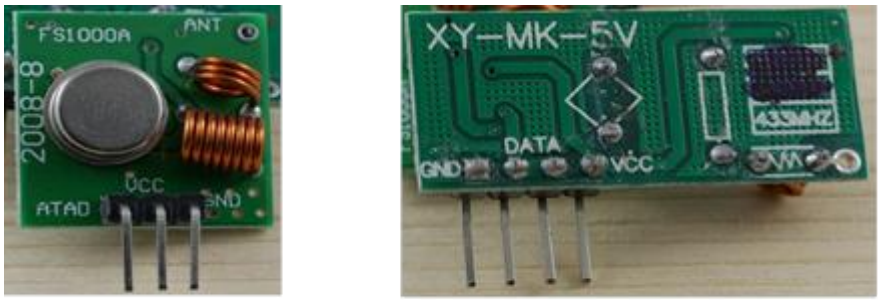


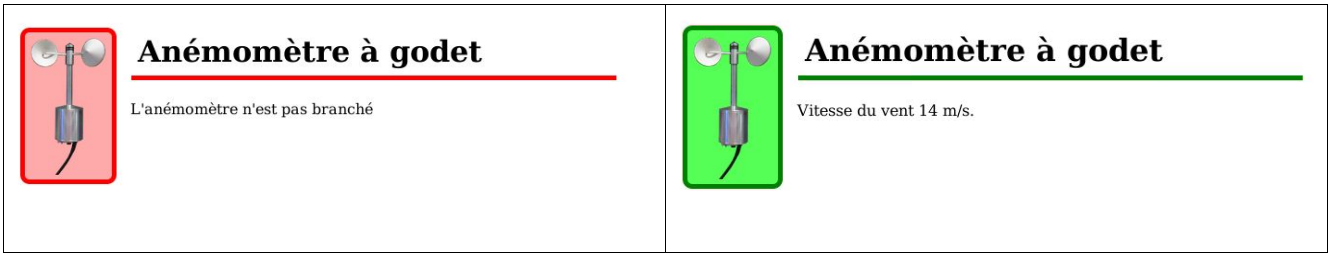
Figure 3. Cartes émetteur et récepteur radio

La communication radio nous a permis de réaliser la supervision de la vitesse du vent en soufflerie en restant à l'écart des nuisances sonores.

4. Shield Ethernet et site web de surveillance du signal de l'anémomètre

Après la réception des données sur la deuxième carte Arduino, elles sont envoyées sur un serveur de message en utilisant le protocole MQTT (Message Queuing Telemetry Transport). Ce protocole est particulièrement bien adapté aux équipements connectés de faible puissance au contraire d'un service comme RabbitMQ bien plus puissant et configurable mais trop consommateur de ressource. Nous avons utilisé un serveur Mosquitto configuré pour écouter sur le port standard 1883 et déployé dans une machine virtuelle Debian GNU/Linux. Au niveau de l'Arduino, nous avons utilisé la bibliothèque PubSubClient qui est assez légère en termes de ressource pour programmer un client permettant de publier et de souscrire à des messages (topics dans le vocabulaire MQTT). Malgré l'absence de sécurisation par chiffrement TLS des transferts avec cette bibliothèque, les topics MQTT sont tout de même sécurisés par un couple login/password dédié à chaque client. Ainsi, l'Arduino ne peut écrire que sous les topics « anemometer/bucket/speed » et « anemometer/bucket/status » alors que le superviseur peut lire toute l'arborescence « anemometer/bucket/# »

Pour la supervision Web, le choix s'est porté sur une solution de prototypage rapide en se basant sur un site web statique qui fait appel à des scripts en JavaScript, notamment la bibliothèque Paho, qui font les quelques traitements dans le navigateur de l'utilisateur. Ainsi, lors de la réception d'un message sur le topic « anemometer/bucket », un événement JavaScript permet de modifier l'arbre DOM de la page HTML et d'afficher ou non certains paragraphes ou images, ainsi que de mettre à jour en temps réel la valeur de la vitesse mesurée dans la veine d'essai.



Le débogage de la partie MQTT du projet a pu se faire très facilement en utilisant les deux outils en ligne de commande « mosquitto_pub » (publier) et « mosquitto_sub » (souscrire). Tant la partie Arduino que la partie supervision Web peuvent être ainsi développées et validées indépendamment. La partie Web n'utilisant de serveur dynamique, l'ouverture du fichier HTML sur son propre poste de travail suffit à faire fonctionner l'application et donc être en interne dans le laboratoire.

CONCLUSION

Pour conclure, le signal de l'anémomètre à coupelles peut être soit enregistré sur la mémoire EEPROM de la carte Arduino, soit sur une carte SD. Il peut également être transmis par communication radio à un autre Arduino ou diffusé sur le réseau Ethernet via un serveur distant qui pourra centraliser les messages provenant de centaines de capteurs et les rediffuser à la demande, un serveur MQTT par exemple. À noter que l'ensemble des développements ont été rapides et le code écrit est suffisamment générique et documenté pour être réutilisé dans de nombreux autres projets du laboratoire. C'est la raison pour laquelle nous avons souhaité que celui-ci soit librement diffusé sur la forge du LEGI sous la licence permissive dite MIT.

TYPO : Bien mettre un espace insécable entre une valeur et son unité….

5. Références

1. C.AZZOLINA, « Développement d'acquisition de données sur une carte Arduino », Rapport de stage 2ème année IUT GEII (2018)
2. S.MARTINS, « Calibration d'un tube de Pitot et amélioration d'un programme LabVIEW», Rapport de stage 2ème année IUT Mesures Physiques (2017)
3. MQTT PubSubClient Arduino Client - https://pubsubclient.knolleary.net/
4. MQTT Paho Arduino Client - https://www.eclipse.org/paho/clients/c/embedded/
5. MQTT Paho JavaScript Client - https://www.eclipse.org/paho/clients/js/

Développement d'acquisition de données d'un anémomètre sur carte Arduino

Muriel Lagauzère, Gabriel Moreau, Cyril Azzolina

Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, LEGI, 38000 Grenoble, France

1. Introduction

Le laboratoire LEGI (Laboratoire des Écoulements Géophysiques et Industriels) à Grenoble accueille environ 140 personnes dont la moitié sont des permanents. Il est spécialisé depuis sa création dans la mécanique des fluides, avec une forte approche expérimentale en partie due à ses nombreux grands équipements (Soufflerie, Plate-forme Coriolis, Canal à Houle, Tunnel Hydrodynamique...). De très nombreuses acquisitions de données sont réalisées sur les expériences du laboratoire avec du matériel souvent surdimensionné en terme de nombre de voies et de fréquence d'échantillonnage. Depuis quelques années, nous explorons des méthodes de pilotages et d'acquisitions avec des matériels moins onéreux, en utilisant si possible des logiciels libres. Dans cette quête du graal, rencontrer l'Arduino est inévitable. Nous avons donc cherché, au travers d'un exemple simple et utile pour le laboratoire, à développer un kit utilisant de nombreuses ressources de l'Arduino qui nous semblent pouvoir être réutilisées dans de futures études expérimentales (Cf Figure 2).

Un nouveau développement d'acquisition de données a donc été réalisé sur carte Arduino pour réaliser l'acquisition du signal d'un anémomètre à coupelles (Cf Figure 3) dans la soufflerie du LEGI (Cf Figure 1). Cette soufflerie est l'un des grands équipements du laboratoire. Elle permet d'atteindre des vitesses jusqu'à 50m/s dans la veine d'essai L'objectif est de surveiller en temps réel la vitesse moyenne de l'air. Un simple Arduino avec un afficheur LED suffit à cette tâche. Nous avons ensuite étendu cette solution afin de pouvoir positionner l'afficheur de la vitesse à l'entrée de la soufflerie via une communication radio entre deux modules Arduino. Enfin, dès que l'on parle acquisition ou monitoring de systèmes, pouvoir récupérer les données et les enregistrer automatiquement sur les serveurs de stockage est de nos jours une nécessité. Nous avons ainsi ajouté une connexion réseau sur l'Arduino distant et connecté celui-ci avec un bus message dédié à l'embarqué.

Figure 1. La soufflerie à bas niveau de turbulence

Figure 2. Le module d'acquisition de vitesse

2. Développement d'une acquisition de données sur carte Arduino et enregistrement sur carte SD

Nous avons récupéré et enregistré le signal de l'anémomètre. La précision de ce capteur correspond à 1% de l'étendue de mesure jusqu'à 50 m/s et à 2% de l'étendue de mesure dans la gamme allant de 50 à 77 m/s. Son temps de réponse est de l'ordre de la milliseconde. Pour obtenir un système portable, l'anémomètre est alimenté par une pile 9 V par le port Vin de la carte Arduino Uno. La sortie du capteur, un signal impulsion (10 Hz par nœud), est connectée à une entrée numérique de l'Arduino qui effectue le comptage de ces impulsions chaque seconde.

Dans un premier temps, l'enregistrement des données a été réalisé sur la mémoire EEPROM de l'Arduino. Cette mémoire est limitée à 1 ko (1024 octets). Nous avons rapidement saturé la mémoire EEPROM de la carte. Nous avons rajouté un shield SD (Cf. Figure 4) avec une carte SD (4 Go) pour augmenter les capacités de stockage et avoir un système d'acquisition de données autonome.

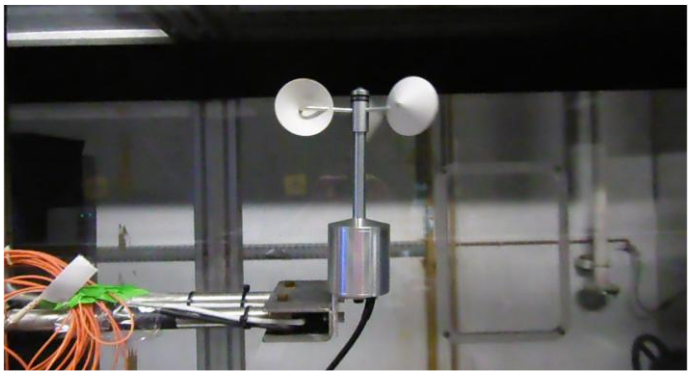


Figure 3. Anémomètre à coupelles

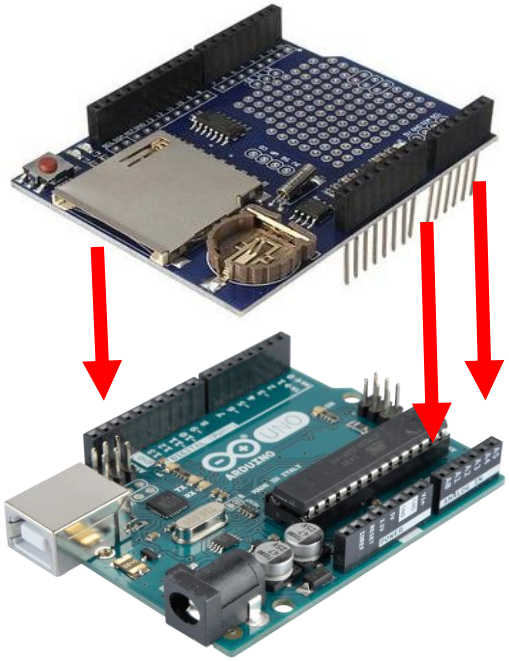


Figure 4. Shield SD sur carte Arduino

Nous avons pu réaliser des acquisitions de plusieurs heures grâce à l'ajout de cette carte SD. Un afficheur à deux lignes a été ajouté afin de lire l'évolution en temps réel de la vitesse de l'anémomètre en m/s. Les données sont enregistrées dans un fichier texte, la première colonne correspondant au temps et la deuxième à la valeur de la vitesse en m/s.

Une calibration de ce système d'acquisition (Cf Figure 5) a été effectuée dans la soufflerie à bas niveau de turbulence du LEGI. Pour cette calibration, nous avons comparé les valeurs de l'anémomètre à coupelles avec celles d'un tube de Pitot placé dans le convergent de la soufflerie. Ce tube de Pitot a lui-même été étalonné dans une soufflerie étalon. En faisant varier la vitesse de la soufflerie dans une gamme allant de 0 à 25 m/s, nous avons relevé les valeurs de tube de Pitot et de l'anémomètre à coupelles (enregistrement sur carte SD et affichage de la vitesse sur un afficheur) pour chaque valeur de vitesse puis établi une courbe de calibration (Cf Figure 7). La sortie analogique de l'anémomètre a pu être récupérée sans ajout de filtre sur la carte Arduino. Dans un deuxième temps, nous avons procédé à un déplacement de l'anémomètre à coupelles sur les quatre mètres de la veine d'essai de la soufflerie et continué cette calibration en comparaison avec le tube de Pitot.

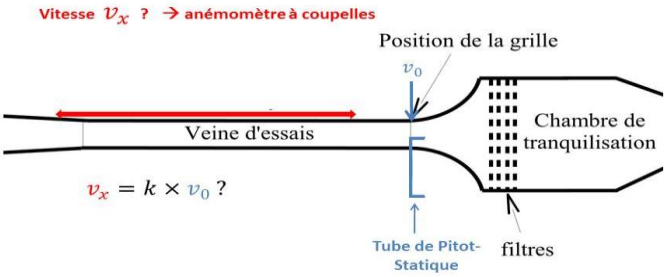


Figure 5. Schéma de calibration

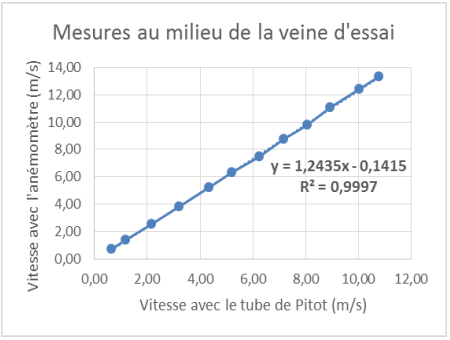


Figure 6. Courbe de calibration

3. Communication radio

Nous avons développé un module de communication radio pour plusieurs raisons : afin de nous affranchir au mieux du bruit de la soufflerie et pouvoir surveiller sa vitesse, afin d'interagir depuis un point fixe dans la pièce avec le module d'acquisition qui est autonome (alimentation par pile, aucun fil extérieur à raccorder) géographiquement.

La radiocommunication est réalisée à l'aide de deux cartes Arduino, d'un module émetteur 433 MHz avec une antenne radio émettrice et d'un module récepteur avec une antenne radio réceptrice (Cf. Figure 7). La bibliothèque VirtualWire est requise pour la communication radio. Des essais ont été menés pour tester les limites en distance et en obstacles de cette communication. En utilisant de simples fils électriques de 173 mm de long comme antennes émettrice et réceptrice, des communications en ligne droite d'une centaine de mètres, de part et d'autre d'une cloison, ont été possibles, ce qui est largement suffisant dans notre configuration actuelle. Cependant, ces limites pourraient être repoussées par l'utilisation d'antennes rigides de plus longues portées.

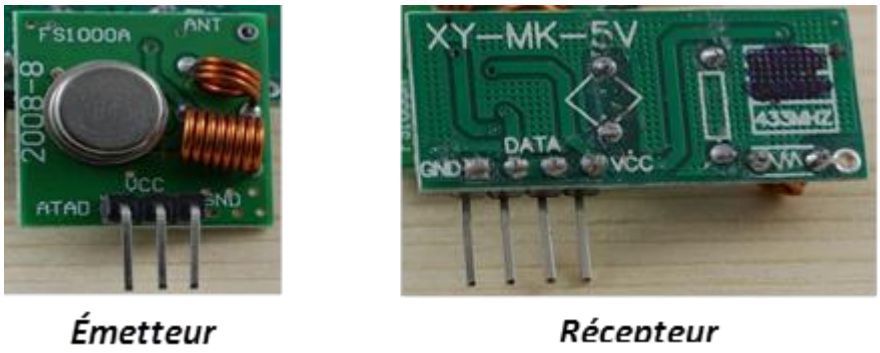


Figure 7. Cartes émetteur et récepteur radio

Dans un futur proche, nous allons essayer de migrer les programmes vers la bibliothèque RadioHead qui remplace et étend VirtualWire désormais en fin de vie. Cependant, cette bibliothèque est plus générique mais aussi plus complexe à l'usage.

4. Shield Ethernet et site web de surveillance du signal de l'anémomètre

La seconde carte Arduino étant dans un lieu fixe, proche d'une prise réseau Ethernet, un shield réseau a été ajouté sur ce montage. Il est ainsi possible de distribuer ou d'obtenir les données

d'acquisition depuis l'intégralité du réseau du LEGI. Cependant, plutôt que de pousser les données vers un serveur de stockage particulier, ou d'aller quérir ces données depuis un poste client sur l'Arduino, nous pensons que l'architecture avec un bus message est particulièrement bien adaptée à plusieurs de nos problématiques d'acquisition basse vitesse et de pilotage. Ce projet était donc l'occasion de la mettre en pratique sur un cas réel.

Ce qui distingue un serveur de message d'un serveur de stockage est son fonctionnement. Un serveur de stockage de masse va enregistrer sur un support de longue durée, une baie de disque par exemple, les données sous forme de fichier. Un serveur de message ou bus permet d'interconnecter des programmes entre eux. Ceux-ci s'échangent des messages sur un bus virtuel : les données d'acquisition, les ordres de pilotages…, au travers du bus. Chaque programme, indépendant les uns des autres, se connecte sur le bus et sur lui seul. Il n'y a pas de dialogue direct entre les différents programmes. Le bus que nous avons choisis utilise le protocole MQTT (Message Queuing Telemetry Transport). Ce protocole est particulièrement bien adapté aux équipements connectés de faible puissance. L'implémentation MQTT utilisé est le serveur `Mosquitto`. Cette architecture autour d'un bus est très souple et permet de démarrer, de relancer les programmes dans un ordre quelconque. Il est aussi possible de s'y connecter via des consoles en mode texte afin d'envoyer ou de recevoir des messages manuellement à des fins de débogages.

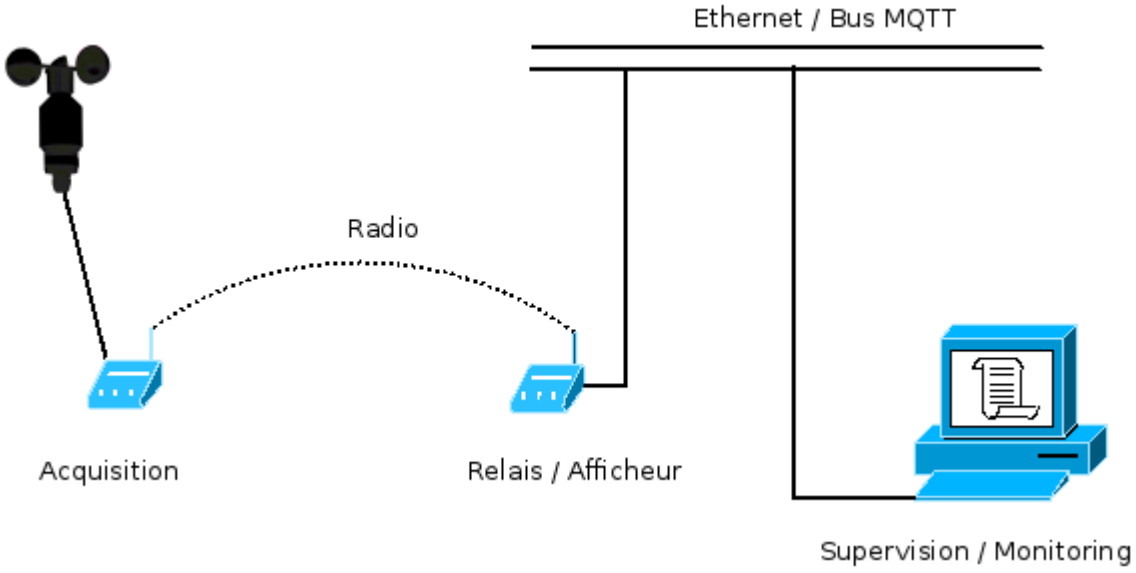


Figure 8. Schéma de l'installation finale

Le serveur `Mosquitto` est configuré pour écouter par défaut sur le port 1883 normalisé et il a été déployé dans une machine virtuelle Debian GNU/Linux Au niveau du second Arduino, nous avons utilisé la bibliothèque PubSubClient qui est assez légère en termes de ressource pour programmer un client permettant de publier et de souscrire à des messages (*topics* dans le vocabulaire MQTT). Malgré l'absence de sécurisation par chiffrement TLS des transferts avec cette bibliothèque, les *topics* MQTT sont tout de même sécurisés par un couple login/password dédié pour chaque client. Ainsi, l'Arduino ne peut écrire que sous les topics « `anemometer/bucket/speed` » et « `anemometer/bucket/status` » alors que le superviseur peut lire toute l'arborescence « `anemometer/bucket/#` ».

Après la réception des données sur la deuxième carte Arduino, celles-ci sont envoyées sur le serveur de message distant en utilisant donc le protocolebus MQTT. Une fois publié sur le bus MQTT, tout est possible. Ce projet était de nouveau l'occasion de tester des nouvelles technologies et de ne pas faire un outil de supervision *classique* dépendant de la plate-forme et à déployer sur les postes utilisateurs. L'idée a été de faire un client web fonctionnant dans tout navigateur et permettant son usage sur tout poste, même sur un moniteur de type télévision passive.

Pour cette supervision Web, le choix s'est donc porté sur une solution de prototypage rapide en se basant sur un site web statique qui fait appel à des scripts en JavaScript, notamment la bibliothèque

Paho. On évite ainsi la mise en place du serveur web de type Apache. Il est probable qu'il nous faille passer par l'étape d'un serveur web dans une version finale de production afin d'améliorer la sécurité et l'authentification des utilisateurs. Lors de la réception d'un message sur le *topic* « `anemometer/bucket` », un événement JavaScript permet de modifier l'arbre DOM de la page HTML et d'afficher ou non certains paragraphes ou images, ainsi que de changer en temps réel la valeur de la vitesse dans la veine d'essai.

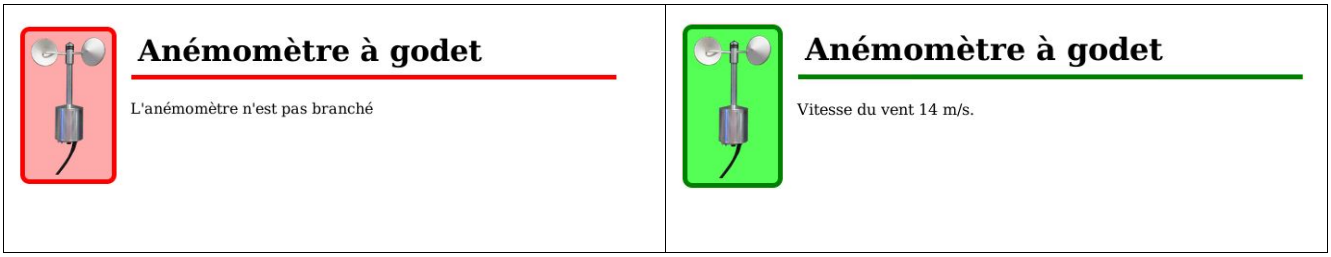


Figure 9. Interface client web en HTML/Javascript

Le débogage de la partie MQTT du projet a pu se faire très facilement en utilisant les deux outils en ligne de commande « `mosquitto_pub` » (publier) et « `mosquitto_sub` » (souscrire). Tant la partie Arduino que la partie supervision Web peuvent être ainsi développés et validés indépendamment. La partie Web n'utilisant de serveur dynamique, l'ouverture du fichier sur son propre poste de travail suffit à faire fonctionner l'application.

CONCLUSION

Pour conclure, le signal de l'anémomètre à coupelles peut être soit enregistré sur la mémoire EEPROM de la carte Arduino, soit sur une carte SD. Il peut également être transmis par communication radio à un autre Arduino ou diffusé sur le réseau Ethernet via un serveur distant qui pourra centraliser les messages provenant de centaines de capteurs et les rediffuser à la demande, un serveur MQTT par exemple. À noter que l'ensemble des développements ont été rapides et le code écrit est suffisamment générique et documenté pour être réutilisé dans de nombreux autres projets du laboratoire. C'est la raison pour laquelle nous avons souhaité que celui-ci soit librement diffusé sur la forge du LEGI sous la licence permissive dite MIT.

Muriel et Gabriel tiennent à remercier Cyril pour son sérieux et son investissement tout le long de son stage d'IUT réalisé au LEGI. Sans son apport fondamental, ce projet serait resté à l'état de concept.

5. Références

1. C.AZZOLINA, « Développement d'acquisition de données sur une carte Arduino », Rapport de stage 2ème année IUT GEII (2018)
2. S.MARTINS, « Calibration d'un tube de Pitot et amélioration d'un programme LabVIEW», Rapport de stage 2ème année IUT Mesures Physiques (2017)
3. MQTT PubSubClient Arduino Client - https://pubsubclient.knolleary.net/
4. MQTT Paho Arduino Client - https://www.eclipse.org/paho/clients/c/embedded/
5. MQTT Paho JavaScript Client - https://www.eclipse.org/paho/clients/js/

Auto-accord d'un transducteur ultrasonique pour applications médicales

X. Wang[1], M. Zhang[1], N. Llaser[2],

[1] C2N - CNRS
Univ. Paris Sud, Université Paris Saclay
91405 Orsay

[2] LPO Dorian
74 Av. Philippe August
75011 Paris, France

1. Introduction :

Le cancer fait partie des principales causes de mortalité dans le monde. Les différents traitements existants, ayant chacun des avantages et des inconvénients, ont fait preuve de leur efficacité dans le passé. Bénéficiant des progrès technologiques, de nouvelles approches sont proposées, étudiées et testées. L'une parmi elles est la technique du traitement par ultrasons focalisés à haute intensité (**H**igh **I**ntensity of **F**ocused **U**ltrasons, HIFU en anglais). Elle est basée sur l'élévation locale de température provoquée par la focalisation d'ultrasons transmis par des transducteurs ultrasoniques [1-3]. Cette approche a surtout la vertu d'un soin non invasif, car les transducteurs ultrasoniques sont placés à l'extérieur du corps humain et aucune opération chirurgicale n'est nécessaire.

Cependant, l'efficacité du soin repose fortement sur le rendement de l'émission d'énergie ultrasonique. Or dans l'état actuel des appareils de soin, le rendement d'émission d'énergie ultrasonique est de moins de 50%. Ceci est dû au fait que la méthode utilisée dans des appareils actuels se repose sur une structure linéaire dont le rendement de conversion énergétique ne peut pas dépasser les 50%. De plus, pour ce type de soin, une fréquence de travail aux alentours du MHz est nécessaire. Ainsi un réseau pour l'accord d'impédance doit être inséré entre l'amplificateur de puissance et le transducteur ultrasonique.

Dans la littérature, nous pouvons trouver des structures d'amplificateurs non linéaires, par exemple, classes D et E. L'avantage de ce type d'amplificateur est le rendement de conversion énergétique élevé mais le signal de sortie est fortement non sinusoïdal, ce qui pose des problèmes pour certaines applications médicales comme par exemple HIFU. Ainsi un réseau statique pour l'accord d'impédance à l'aide d'un circuit LC pour un amplificateur dit classe D est l'approche la plus souvent utilisée (Cf. Figure 1). Dans ce réseau, les composants utilisés ont des valeurs prédéfinies donc fixes. Cependant dû aux défauts de fabrication, la valeur des composants subissent une imprécision qui peut aller jusqu'à 20% de tolérance. De plus, dans ce contexte d'application, la température est susceptible de subir des variations, ce qui va entraîner la fluctuation des valeurs des composants. Tout ceci montre l'insuffisance d'un réseau de l'accord statique bien qu'il soit plus simple à mettre en œuvre.

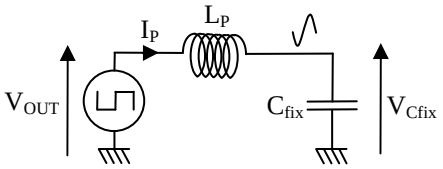


Figure 1. Circuit d'accord statique résonant

Afin de remédier ce problème, un réseau pour l'accord d'impédance avec une inductance saturable a été utilisé [4]. L'idée est d'ajouter en série avec l'inductance principale une inductance supplémentaire dont sa valeur d'inductance dépend du courant traversant l'inductance. Donc en faisant varier le courant traversant la seconde inductance, une inductance variable est ainsi réalisée. En ajustant l'inductance, la fréquence du circuit d'accord pourra être accordée à la fréquence désirée, c'est à dire la fréquence de travail, ce qui pourrait garantir l'état d'accord du circuit résonant en temps réel et donc permettrait d'avoir une conversion d'énergie améliorée. Bien que la solution améliore le rendement de la conversion d'énergie, elle conduit néanmoins à un système final très encombrant.

Aussi, le traitement HIFU est hautement recommandé avec une surveillance sous IRM (Imagerie par Résonnance Magnétique). L'utilisation d'IRM est double : elle mesure l'élévation de la température et localise la tumeur cancéreuse. Ainsi avant tout, l'appareil HIFU doit être compatible avec l'utilisation d'IRM, ce qui impose une contrainte supplémentaire d'éloigner l'amplificateur de puissance et le transducteur, et de blinder tous les câbles de liaisons. Dans l'état actuel, deux armoires de tailles importantes sont nécessaires, ce qui complique la conception et l'utilisation de HIFU.

Dans la littérature, un circuit d'accord basé sur une capacité commutée pour la transmission d'énergie a été proposé [5]. Dans le circuit proposé, deux capacités supplémentaires sont ajoutées et leur connexion sur le circuit est contrôlée par deux interrupteurs différents. A travers le contrôle de la connexion des capacités ou non sur le circuit, la capacité équivalente est une fonction du temps de connexion des capacités supplémentaires. Ainsi une capacité variable est réalisée.

Cependant dans cette proposition, bien que l'idée soit intéressante, deux capacités supplémentaires sont nécessaires. Le contrôle de deux capacités nécessite deux signaux de contrôle et surtout ces deux signaux de contrôle doivent être créés de façon spécifique et synchrone, ce qui complique la mise en œuvre. Afin de surmonter ces complexités, nous avons proposé une solution ayant un rendement de conversion énergétique élevé et une structure du circuit plus simple [6]. L'accord d'impédance est basé sur un circuit résonant ayant une seule capacité à commuter et l'accord du circuit peut être effectué en temps réel à travers une capacité variable de valeur importante (de l'ordre du nF). Nous appelons cette technique *capacité commutée synchrone*. Ce qui est plus important est que cette technique non seulement est entièrement compatible avec l'IRM et mais aussi compatible avec la technologie des circuits intégrés CMOS. Cela ouvre une perspective de miniaturisation considérable des systèmes pour le traitement à base de HIFU dans le futur.

Dans l'article [6], nous avons fait une première étude sur la conception d'un circuit intégré générant le signal de contrôle de la connexion de l'interrupteur. Bien que les résultats de simulation soient au rendez-vous, nous souhaitons malgré tout vérifier et confirmer ces résultats préliminaires par des résultats expérimentaux afin de mettre plus de chance de réussite dans réalisation en circuit intégré. Pour ce faire, nous avons décidé de réaliser un circuit PCB basé sur le même principe mais avec des blocs de fonctionnels en composants discrets déjà disponibles. Ceci est l'objectif de la présente étude.

Afin de vérifier le fonctionnement d'un tel circuit, estimer la performance pouvant être atteinte les limitations, identifier des défauts éventuels afin d'optimiser les paramètres nécessaires pour la conception des circuits intégrés, nous avons implémenté un tel circuit complet en PCB. Dans la suite de cette présentation, nous commençons par un bref rappel de la technique de capacité commutée synchrone dans la section 2. Puis le diagramme du circuit complet intégrant la capacité commutée synchrone sera donné et présenté dans la section 3. L'étude de la stabilité et la rapidité du système sera abordée dans la section 4. La modélisation et la réalisation du système complet ainsi que les résultats expérimentaux seront présentés dans la section 5, suivi par la conclusion et des discussions dans la section 6.

2. Rappel de la technique de capacité commutée synchrone

Principe: pour réaliser une capacité variable dans un circuit sinusoïdal, la méthode la plus souvent utilisée est de faire appel à une varicap, autrement dit une diode polarisée en inverse. En changeant la tension de polarisation, la capacité vue aux bornes de la diode change. Néanmoins la plage de variation de cette capacité est très limitée, souvent de l'ordre du pF. Dans notre application, la capacité nécessaire peut être de l'ordre du nF. Ainsi nous avons proposé la technique de capacité commutée synchrone.

L'idée est de mettre une capacité de valeur importante Cs en parallèle avec le circuit. La connexion de la capacité est contrôlée par un interrupteur en série (Cf. Figure 2). Afin de comprendre le fonctionnement, nous allons d'abord étudier deux extrémités. Si l'interrupteur reste toujours fermé, la capacité équivalente ajoutée est égale à la valeur de la capacité connectée, i.e. Ceq=Cs, donc Cmax. Par contre, si l'interrupteur est toujours ouvert, la capacité équivalente est Ceq=0, donc Cmin. Si maintenant l'interrupteur contrôlé est fermé seulement pendant une partie d'une période du signal

sinusoïdal, nous pouvons ainsi en déduire que la capacité équivalente vu par le circuit doit être variée entre Cmin et Cmax.

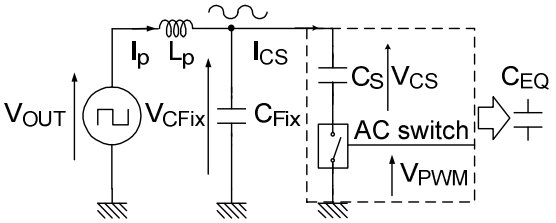


Figure 2. Circuit d'accord résonant avec une capacité commutée synchrone

Dans le cas de l'application du HIFU, le signal appliqué sur le transducteur doit être sinusoïdal. Ainsi l'utilisation d'un circuit résonant LC pour accorder sur la fréquence fondamentale et le signal de contrôle de l'interrupteur V_{PWM} doit être synchronisé sur la même fréquence. La réalisation du signal de contrôle V_{PWM} sera présentée dans la section suivante.

Calcul de la capacité équivalente Ceq: selon la définition, Ceq=ΔQ/ΔVcs. Nous considérons que ΔVcs est la même que celle aux bornes de C_{Fix}. Seul la variation des charges est sujet de la variation de la fermeture de l'interrupteur, donc ΔQ=∫ics dt. Par conséquent, si $V_{cfix}(t)=V_c \cos(\omega t)$, alors

$$C_{eq} = C_s \cdot \sin(\omega \cdot t_{on}) \quad (1)$$

avec $0<t_{on}<T/4$ et T la période, tenant compte de la symétrie de chaque demi-période. $\theta=\omega t_{on}$ est appelé aussi l'angle de conduction.

Les chronogrammes des signaux sont illustrés dans la figure 3. Nous remarquons que lors de l'ouverture de l'interrupteur, le courant circulant dans Cs est nul mais la tension aux bornes de C_{Fix} continue sa courbure avec la même amplitude. Ainsi une capacité variable en fonction du temps de fermeture de l'interrupteur est réalisée, qui est dans le même ordre que la capacité Cs.

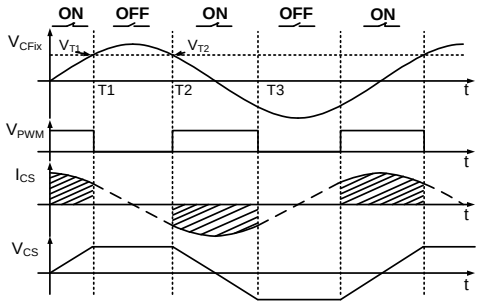


Figure 3. Circuit d'accord résonant avec une capacité commutée synchrone

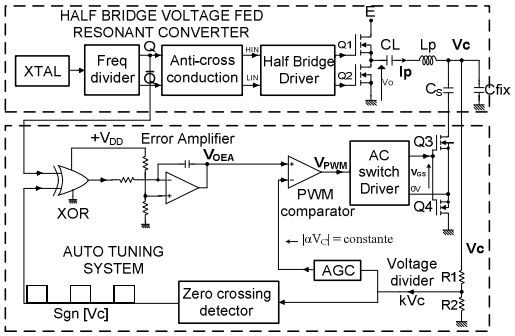


Figure 4. Circuit d'accord résonant avec une capacité commutée synchrone

3. Diagramme de réalisation de l'accord automatique

Le système complet comprenant l'accord automatique d'impédance du transducteur ultrasonique que nous proposons est illustré à la figure 4. Nous identifions le circuit résonant comprenant la capacité commutée synchrone. De plus, d'un côté nous ajoutons la partie génératrice du signal d'entrée pour le circuit résonant et de l'autre côté, le circuit qui est chargé de générer le signal de contrôle de l'interrupteur V_{PWM} est présenté. Ici l'interrupteur est réalisé par deux transistors NMOS pour qu'il

puisse être opérationnel aussi bien durant la demi-période positive que la négative sachant que V_{cfix} est un signal sinusoïdal. Nous l'appelons un interrupteur AC.

Pour un circuit résonant, lors qu'il est accordé, la tension aux bornes de la capacité est déphasée de $\pi/2$ par rapport au signal d'entrée. C'est cette règle que nous allons exploiter pour la mise en place de l'accord automatique du circuit résonant en faisant varier Ceq comme suit:

$$f = \frac{1}{\sqrt{L\left(C_{fix} + C_{eq}\right)}} \tag{2}$$

Le principe de fonctionnement peut être décrit de la manière suivante: un détecteur de phase est utilisé pour détecter le déphasage entre la tension d'entrée et la tension aux bornes de la capacité V_{cfix}. Si ce déphasage est différent de $\pi/2$, l'amplificateur d'erreur suivant produira un signal d'erreur qui sera ensuite utilisé pour générer le signal de contrôle V_{PWM} à l'aide d'un signal de référence sinusoïdale à l'amplitude constante par un comparateur. Il est important de souligner que ce dernier dispose de la même fréquence et du même déphasage que V_{cfix}.

Ainsi le bloc fonctionnel qui génère ce signal de référence joue un rôle primordial dans la mise en œuvre de l'accord automatique proposé. Dans cet article nous nous concentrons sur la réalisation de ce bloc fonctionnel.

4. Réalisation de GCA

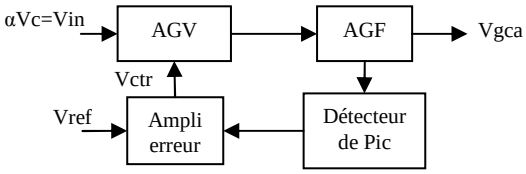


Figure 5. Diagramme du GCA proposé

Le circuit GCA (Cf. Figure 5) comprend 4 blocs fonctionnels: un amplificateur à gain variable (AGV), un amplificateur à gain fixe (AGF), un détecteur de pic et un amplificateur d'erreur avec sa consigne Vref.

Etant donné que le signal de référence doit avoir la même fréquence et le même déphasage que V_{cfix}, nous décidons de le générer à partir de ce dernier. Sachant que l'amplitude du signal Vcfix peut être variée dû aux diverses raisons (désaccord, charge variable ramenée par le transducteur), il a donc besoin que le premier étage apport un gain variable permettant de régler l'amplitude du signal d'entrée pour arriver à un signal à l'amplitude fixe.

Dans la littérature, nous pouvons identifier deux types d'AGV selon la manière dont le gain est contrôlé: relation linéaire et relation exponentielle. L'avantage du premier est sa facilité de mise en œuvre. Mais le temps de réponse du circuit est inversement proportionnel à la tension de contrôle comme donné par $\tau \propto 1/V_{CTR}$ avec V_{CTR} le signal de contrôle du gain [7]. De plus la plage dynamique du signal d'entrée est d'une certaine manière limitée. Dans le second cas, contrairement au premier, selon [7], le temps de réponse est constant donc indépendant du signal de contrôle donc constant quelque soit l'amplitude du signal d'entrée. De plus la plage dynamique du signal d'entrée peut être plus importante grâce à la compression de la fonction logarithmique utilisée. Au final l'AGV exponentiel (AD603) a été choisi pour satisfaire une plage dynamique du signal d'entrée de 20 nécessaire pour cette réalisation.

Le deuxième étage d'amplification peut être ajouté si la plage dynamique fournie par le premier étage n'est pas suffisante. Cependant il est important d'avoir un détecteur de pic rapide car la rapidité de l'accord automatique dépend de celle du GCA. Afin d'obtenir un suivi rapide de l'amplitude du signal, un détecteur de pic rapide double alternance a été proposé [8]. Ainsi seul un délai de demi-période est engendré. Il a été réalisé à l'aide du circuit OPA354.

Un amplificateur d'erreur ayant une structure PI (Proportionnel et Intégral) a été choisi pour garantir une bonne précision du suivi et une bonne stabilité. Son rôle est triple : comparaison avec le

consigne de l'amplitude désirée, filtrer les signaux de haute fréquence et régler la stabilité du GCA afin de trouver un bon compromis entre la rapidité du suivi et la stabilité du système à contre-réaction.

5. Modélisation et simulations électriques

Afin d'aider et faciliter la réalisation du système proposé en circuit PCB, nous avons développé un modèle hybride du circuit complet. L'objectif est multiple. Avant tout, nous avons voulu vérifier le fonctionnement du circuit par simulation. Deuxièmement nous avons souhaité optimiser le système en terme de compromis entre la vitesse de l'auto-accord et la stabilité du système. Le système étant relativement complexe, la simulation exacte du système sera non seulement long mais aussi difficile à satisfaire les conditions de convergence imposées par le logiciel de simulation utilisée. Ainsi troisièmement une modélisation hybride a été développée. Dans ce modèle, dans la mesure du possible, nous avons utilisé les circuits à base de composants CMOS choisis pour réaliser les fonctions désirées. Par contre, pour certains blocs dont le remplacement par des circuits idéaux n'influence pas le fonctionnement global du circuit ont été remplacés par des circuits idéaux. Les avantages sont i) la réduction du temps de simulation grâce à la simplification du circuit; ii) la facilité de convergence de la simulation grâce à l'adaptation du circuit idéal proposé. Néanmoins l'utilisation de circuits réels réalisant des fonctions principales assure la fonctionnalité recherchée.

Aussi à la fréquence d'1MHz souhaitée, il est parfois difficile de trouver des composants analogiques discrets adaptés. La simulation nous a permis d'estimer la performance que nous pouvons espérer. Sachant qu'en pratique, les dispersions technologiques sont inévitables, ce qui n'est pas toujours une mauvaise chose. Dans ce cas présent, nous avons pu sélectionner les composants fonctionnant jusqu'à 1MHz.

Nous avons simulé le système complet pour l'accord de fréquence automatique (Cf. Figure 6). Afin de mettre en évidence l'effet d'accord, volontairement nous avons créé un désaccord du circuit résonant au départ (Cf. Figure 6 à gauche). Dans la figure 6 à gauche, nous constatons que le signal d'erreur (dénommé Vea) évolue dans le temps, ainsi le déphasage entre le signal d'entrée (dénommé V_{clock}) et le signal de sortie (dénommé Vsgn) évolue également vers le consigne $\pi/2$. Aux alentours de 70µs (Cf. Figure 6 à droite), un déphase de $\pi/2$ entre les deux signaux peut être observé et aussi le signal d'erreur devient quasi constant, ce qui signifie que l'accord de fréquence est terminé.

Figure 6. Résultats de simulation de l'auto-accord de la fréquence à l'aide de la capacité commutée synchrone. Le système démarre en désaccord (à gauche) et le système est accordé à l'aide du circuit proposé (à droite).

6. Réalisation en PCB et résultats expérimentaux

Nous avons réalisé un circuit en PCB afin de vérifier la fonctionnalité proposée, mesurer la performance attendue et éventuellement identifier des défauts à améliorer. Les résultats expérimentaux sont illustrés aux figures 7 (pour le GCA) et 8 (pour le système complet), respectivement. La figure 7 montre le bon fonctionnement du bloc fonctionnel GCA. Ici un rapport de 20 entre les amplitudes maximale et minimale a été choisi (Cf. Figure 7 en haut). Le signal de sortie (Cf. Figure 7 en bas) a toujours réussi à atteindre l'amplitude de consigne après une courte transition d'environ 10µs. Nous pouvons aussi constater la rapidité du suivi du détecteur de pic sur le front négatif (Cf. Figure 7 au milieu).

Le signal de contrôle de l'interrupteur (PWM) est aussi mesuré (Cf. Figure 8 en bas). Par rapport au signal sinusoïdal aux bornes de la capacité C_{fix} (sinusoïdal), une parfaite symétrie du signal PWM (signal carré en bas) peut être observée, ce qui signifie que la tension aux bornes de la capacité commutée ne subit pas de discontinuité comme prévu.

7. Conclusion

Dans cet article nous avons présenté une méthode permettant l'accord automatique d'un circuit résonnant. L'avantage de cette méthode, qui est basée sur une capacité variable, est d'être tout à fait compatible avec l'utilisation d'IRM, ce qui facilite la mise en place de nouveaux soins médicaux, comme par exemple le traitement des cancers, avec un système moins encombrant et plus performant en termes de conversion d'énergie. De plus, cette méthode est aussi compatible avec la technologie des circuits intégrés, ce qui permettra à terme de miniaturiser le système complet. Les résultats expérimentaux ont confirmé le fonctionnement désiré. Cependant la réalisation en circuit intégré est incontournable afin de monter en fréquence, miniaturiser le système, renforcer le robustesse du circuit et diminuer en consommation.

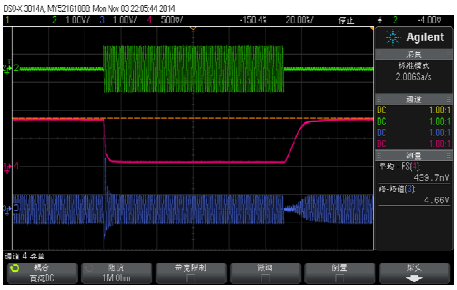


Figure 7. Résultats expérimentaux: signal d'entrée de l'GCA (en haut), signal de sortie du GCA (en bas) et le signal de sortie du détecteur de pic.

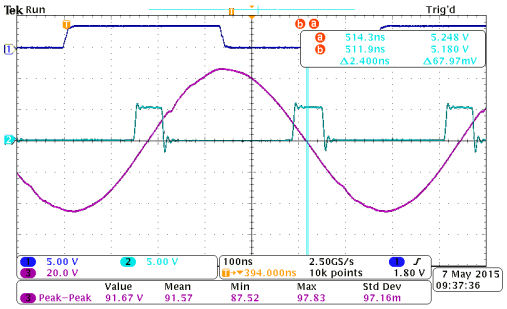


Figure 8. Résultats expérimentaux: signal d'entrée (voie 1 carré), tension aux bornes de C_{fix} (voie 3 sinusoïdal) et signal PWM (voie 2 carré)

8. Références

1.Illing, R. O., et al., «The safety and feasibility of extracorporeal high-intensity focused ultrasound (HIFU) for the treatment of liver and kidney tumors in a Western population», British journal of cancer. vol. 93, No.8 pp. 890-895 (2005).

2.D. Elbes, et al, «Magnetic resonance imaging for the exploitation of bubble-enhanced heating by high-intensity focused ultrasound: a feasibility study in ex vivo liver», Ultrasound Med Biol. May.40(5), pp. 956-964 (2014).

3.N. P. K. Ellens, et al, «A novel, flat, electronically-steered phased array transducer. for tissue ablation: prelim results», Phys in med and bio, 60, pp. 2195-2215 (2015).

4.P. Si, A. P. Hu, S. Malpas, D. Budgett, «A frequency control method for regulating wireless power to implantable devices», IEEE transactions on biomedical circuits and systems, Vol. 2, N° 1, pp. 22-29 (2008).

5.K.V. Schuylenbergh, R. Puers, «Self tuning inductive powering for implantable telemetric monitoring systems», Eurosensors IX, Stockholm, Sweden, 1995.

6.X. Wang, M. Zhang, N. Llaser «Mesure et auto-accord de la fréquence de résonance d'un transducteur ultrasonique », Colloque C2I, Saint-Nazaire, le 20-21 janv. 2016.

7.Pérez, J.P.A. et al., «Automatic Gain Control: Techniques and Architectures for RF Receivers», Springer, 2011.

8.R. Deniéport, X. Wang, F. Rodes, M. Zhang, "Détecteur de crête double alternance rapide pour le contrôle d'un générateur d'induction magnétique à convertisseur résonnant", JNRDM 2013, Grenoble, 10-12 juin, 2013.

Instrumentation non invasive pour l'enregistrement de l'activité respiratoire chez le rat libre de ses mouvements dans un grand espace expérimental

Dominique Ligot, Christine Marguet, Bruno Favre

Belkacem Messaoudi[(1)], Nathalie Buonviso[(1)], Damien Gervasoni[(1)], Philippe Litaudon[(1)]

ARThémIs, IUT Lyon1, Université Lyon1, Université de Lyon
17 rue de France 69627 Villeurbanne Cedex France
(1) Centre Recherche Neurosciences Lyon, Codage et mémoire olfactive, Inserm U1028 - CNRS UMR5292- Université Lyon1-Université de Lyon,CH Le Vinatier Bâtiment 452 95 Bd Pinel 69675 BRON Cedex France

1. Introduction - Contexte scientifique

La respiration ne se limite pas à fournir l'oxygène au corps mais régule de nombreux processus physiologiques et neuronaux. De par sa nature périodique, elle influence de façon rythmique les organes des sens et par là-même les rythmes du cerveau [1]. Or ces rythmes sont des éléments capitaux dans la perception de l'environnement, la mise en mémoire des informations, et la production d'une réponse motrice adaptée [2]. Ainsi, la respiration pourrait jouer le rôle d'horloge centrale permettant au cerveau de coordonner de façon efficace l'activité de régions distantes et ainsi améliorer les processus sensoriels et cognitifs. Un dysfonctionnement de cette horloge, dans des pathologies telles que la maladie de Parkinson ou des pathologies du sommeil, entrainerait une perturbation des rythmes cérébraux et expliquerait en partie la dégradation des fonctions cérébrales.

Pour étudier, sur l'animal, ce lien entre respiration et rythmes cérébraux, il est nécessaire d'enregistrer simultanément l'activité des structures nerveuses et le rythme respiratoire. Actuellement, deux solutions sont utilisées pour accéder au rythme respiratoire :

- soit réaliser l'expérience dans une cage de pléthysmographie dont le volume restreint implique une limitation des mouvements de l'animal ;
- soit utiliser une approche invasive consistant à placer une canule dans la cavité nasale qui provoque des processus inflammatoires et perturbe largement le flux d'air nasal dont nous savons qu'il joue un rôle important dans la genèse des rythmes cérébraux.

Dans le cadre du projet Free Respi (Défi interdisciplinaire 2017 : L'Instrumentation aux limites - CNRS – Mission Interdisciplinarité), nous avons étudié la faisabilité d'une méthode alternative non-invasive pour enregistrer l'activité respiratoire chez le rat libre de ses mouvements dans un espace expérimental suffisamment grand pour lui permettre de réaliser des tâches comportementales complexes.

2. Instrumentation développée

2.1 : Choix du capteur

Pour la mesure du signal respiratoire, notre choix s'est porté sur le capteur EPIC (Electric Potential Integrated Circuit) mis au point par Plessey Semiconductors. Ce capteur est une évolution de l'EPS (Electric potential sensor) développé à l'université du Sussex [3] avec intégration de l'électrode capacitive et de la chaine électronique (Cf. Figure 1).

Ce capteur réalise une mesure capacitive non-invasive ou sans contact des variations du potentiel électrique spatial liées aux perturbations du champ électrique ambiant causées par un corps vivant en mouvement. Il a été utilisé pour l'électrocardiographie sans contact chez l'Homme [4] et a été testé pour des mesures physio-comportementales chez le rongeur [5].

La chaine électronique permet d'augmenter l'impédance d'entrée, de réduire la capacité d'entrée et la tension de bruit du système.

Le kit PS25012A1 utilisé intègre un capteur EPIC PS25201A (impédance d'entrée : 20 GΩ ; capacité d'entrée : 15pF, gain en tension : 50, bande passante 0,2Hz – 10kHz).

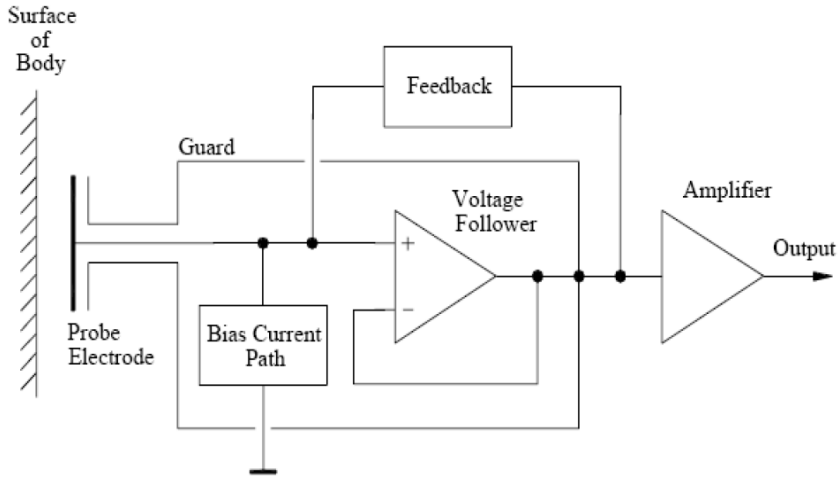


Figure 1. Schéma-bloc du capteur EPIC (Plessey Semiconductors, 2013)

Un test préliminaire sur rat anesthésié a permis de valider ce choix en enregistrant simultanément le signal de référence issu de la mesure classique du flux respiratoire par un capteur de débit placé dans le nez du rat [6], et le signal fourni par le capteur EPIC placé à proximité du rongeur.

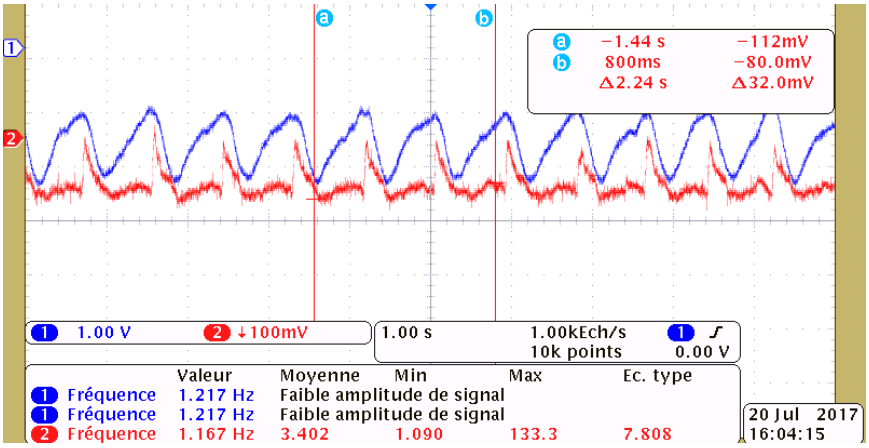


Figure 2. Enregistrement simultané du signal respiratoire, sur rat anesthésié, grâce à un capteur EPIC (signal du haut, bleu), et à un capteur de débit placé dans la cavité nasale (signal du bas, rouge)

Nous constatons sur les oscillogrammes enregistrés simultanément (Cf. Figure 2) que le signal respiratoire recueilli par le capteur EPIC est parfaitement synchrone avec celui du capteur de débit lors d'une mesure du rythme respiratoire lent. Il présente une amplitude environ dix fois plus importante que celle du signal de référence et un meilleur rapport signal sur bruit. Ces observations valident le choix de ce capteur pour l'enregistrement des signaux respiratoires du rongeur.

Le capteur EPIC étant sensible aux variations du champ électrique environnant, sa réponse correspond donc à la superposition des mouvements respiratoires du rongeur (faible amplitude) et des mouvements des expérimentateurs présents autour de la cage (grande amplitude). Afin d'isoler le système à étudier (le rat) des perturbations extérieures, nous avons élaboré une cage de Faraday pouvant contenir la cage de repos du rongeur tout en conservant un visuel sur le rat.

2.2 : Fantôme

Dans le cadre du bien-être animal, la règlementation européenne impose la règle éthique des 3R (Remplacement, Réduction du nombre d'animaux, Raffinement). Bien que notre système ne soit pas invasif, nous avons développé un fantôme simulant les mouvements de la cage thoracique du rat lors de la respiration. Ce dispositif nous permet de tester les performances du capteur sans animal. La cage thoracique est modélisée par un ballon de baudruche. Celui-ci est animé par un simulateur de

respiration (Cf. Figure 3) permettant d'ajuster la fréquence et les volumes d'air correspondant à l'inspiration et à l'expiration d'un rat.

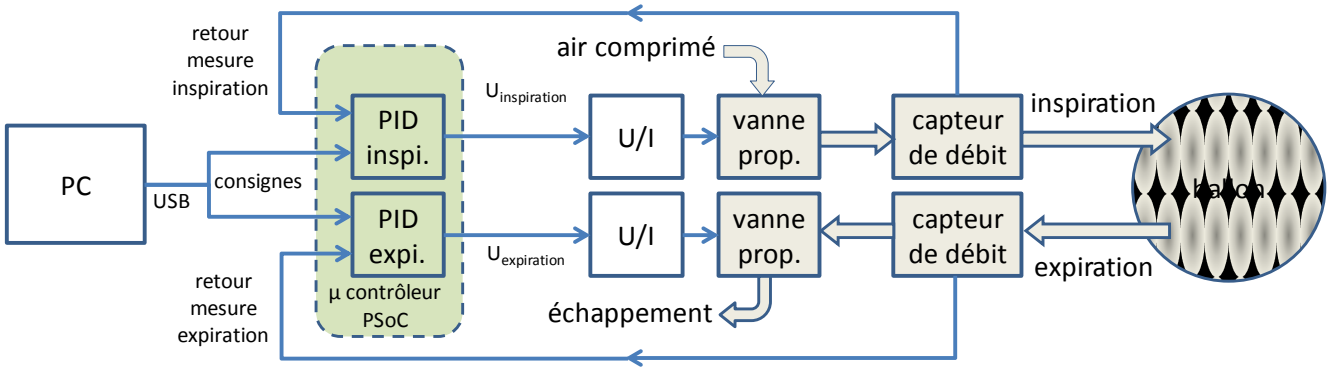
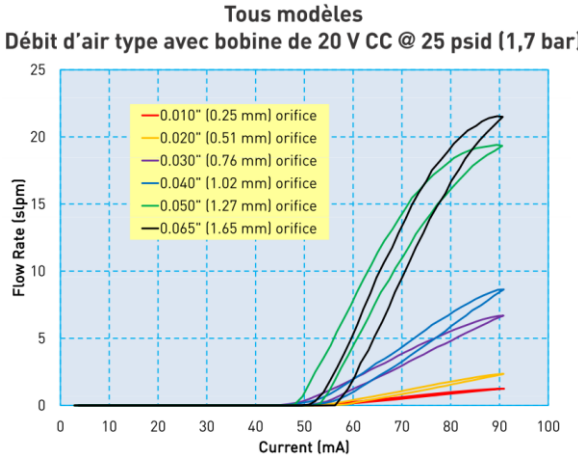


Figure 3. Synoptique du simulateur de respiration

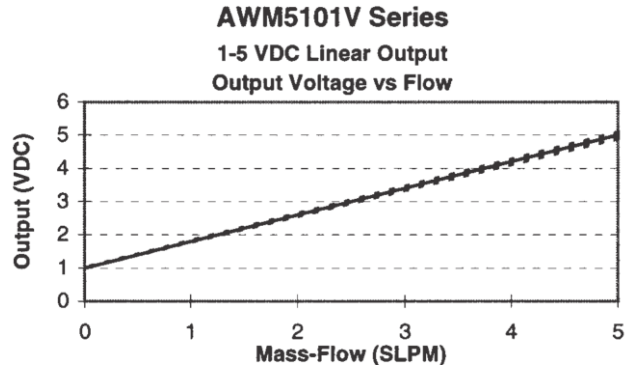
Pour ce simulateur, nous utilisons :

- les capteurs de débit AWM5101 (Honeywell) dont la réponse est linéaire,

- les vannes proportionnelles miniatures VSO (Parker) de réponse non linéaire et présentant deux niveaux de saturation (Cf. Figure 4).



source : https://www.parker.com/literature/Literature Files/Precision Fluidics Division/UpdatedFiles/Proportional Catalog_2013_Lowres_FR.pdf



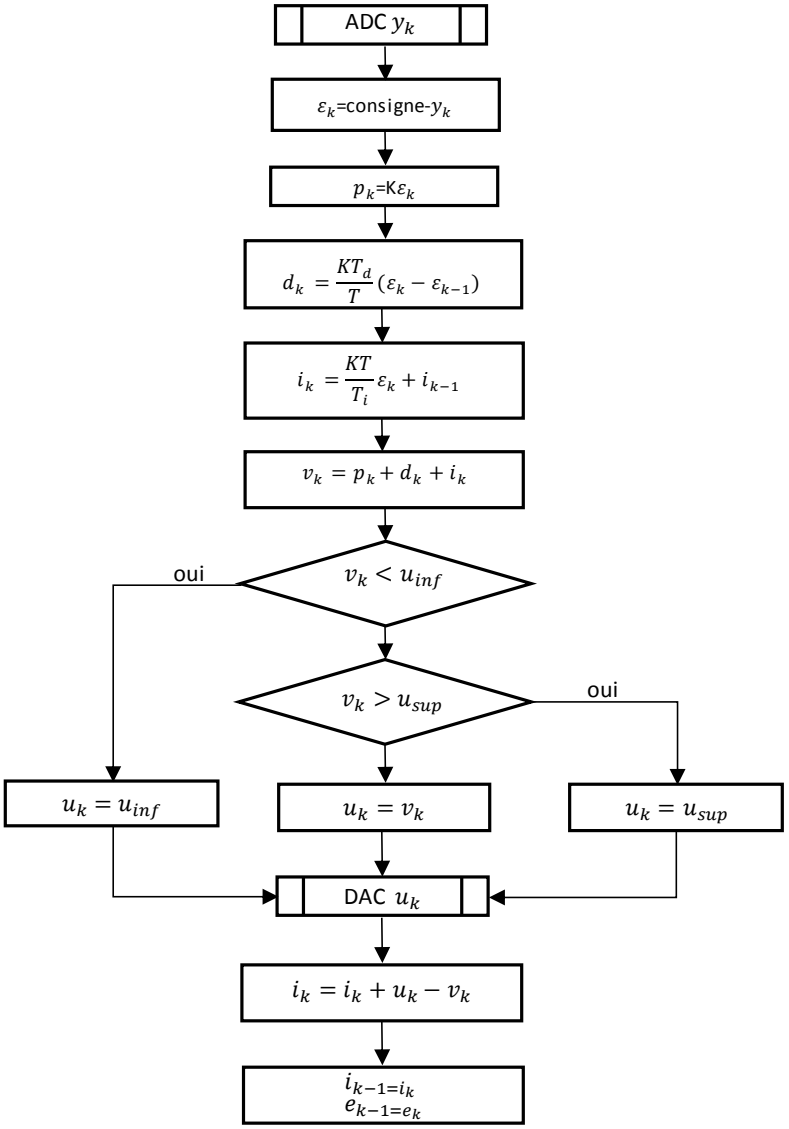
source : https://sensing.honeywell.com/honeywell-sensing-airflow-awm50000-series-catalog-pages.pdf

Figure 4. Caractéristiques du capteur de débit VSO et de la vanne proportionnelle AWM5101

Nous avons donc implémenté un asservissement numérique de type PID avec un système anti-emballement qui permet de limiter le terme intégral dans les zones de saturation (Cf. Figure 5).

2.3 Etude de la réponse du capteur EPIC

L'objectif de cette étude étant la mesure de la respiration du rat dans un grand espace expérimental, ce simulateur nous a permis de réaliser la cartographie de réponse du capteur EPIC en fonction de son éloignement et de son orientation par rapport au fantôme. En nous basant sur la surface correspondant à la taille standard d'une cage d'hébergement (40 x 60 cm²), nous avons positionné le capteur sur différents repères (Cf. Figure 6) et mesuré la valeur crête à crête du signal en sortie du capteur. Les relevés de mesure confirment que le capteur EPIC fournit une réponse exploitable sur toute la surface d'intérêt.



y_k =Echantillonnage du retour de mesure

ε_k=Calcul d'erreur

p_k=Calcul du terme proportionnel

d_k=Calcul du terme dérivé

i_k =Calcul du terme intégral

Calcul de la commande PID

Test de la saturation de la commande PID

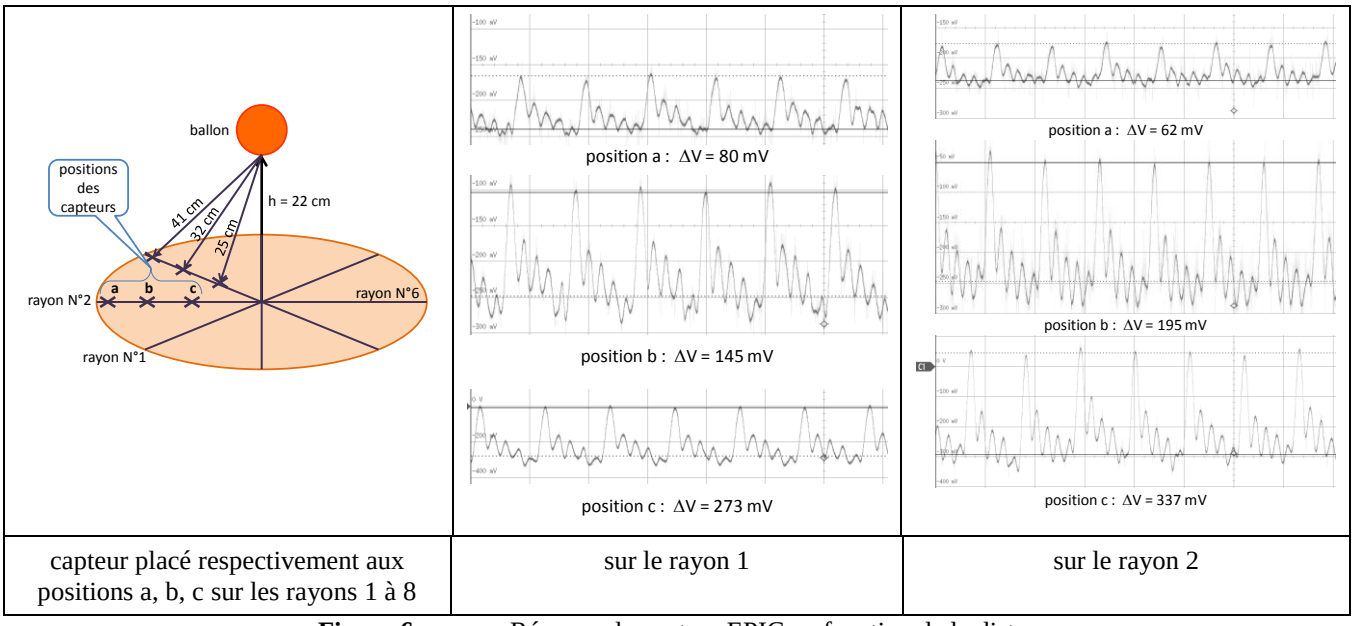
Correction de la commande PID en cas de saturation.

Conversion de la commande uk (numérique) en Uinspi ou Uexpi (analogique)

Application de l'anti-emballement (limitation de la partie intégration)

Mémorisation des termes ε_k , i_k

Figure 5. Algorithme de régulation PID du simulateur de respiration



capteur placé respectivement aux positions a, b, c sur les rayons 1 à 8	sur le rayon 1	sur le rayon 2

Figure 6. Réponse du capteur EPIC en fonction de la distance

La fréquence de respiration du rongeur variant entre 1 Hz (sommeil) et 10 Hz (flairage), nous avons aussi testé la réponse du capteur sur cette plage de fréquences (Cf. Figure 7).

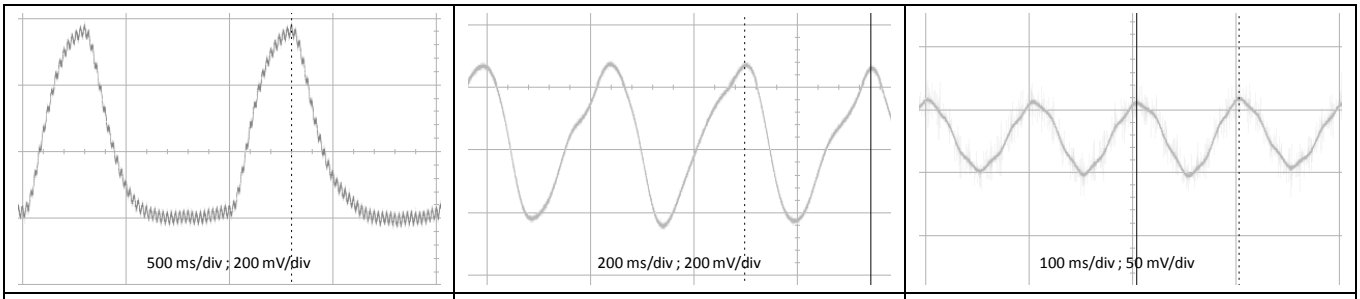


Figure 7. Réponse du capteur EPIC en fonction de la fréquence respiratoire

Les résultats obtenus confirment que le capteur EPIC permet de visualiser les mouvements respiratoires simulés dans la gamme de fréquence physiologique et à une distance suffisante permettant d'envisager son implantation dans une grande enceinte expérimentale.

2.4 Chaine de traitement et d'acquisition des signaux

La chaine de traitement et d'acquisition (Cf. Figure 8) permet de filtrer et d'amplifier le signal fourni par le capteur et d'acquérir les données sur de longues durées.

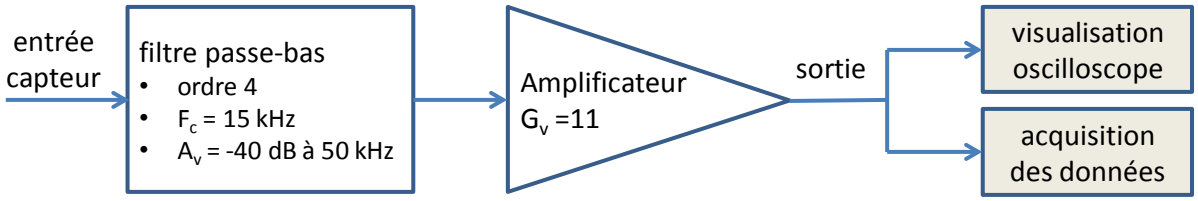


Figure 8. Chaine de traitement et d'acquisition

Ces données seront traitées (analyse spectrale, …) et exploitées (actimétrie, …).

3. Résultats obtenus chez l'animal vigile

Après avoir validé le choix du capteur EPIC sur notre modèle, nous avons réalisé une série de mesures en condition réelle avec un animal vigile libre de ses mouvements. Les mesures ont été effectuées dans la cage d'hébergement placée dans l'enceinte de Faraday (Cf. Figures 9-10).

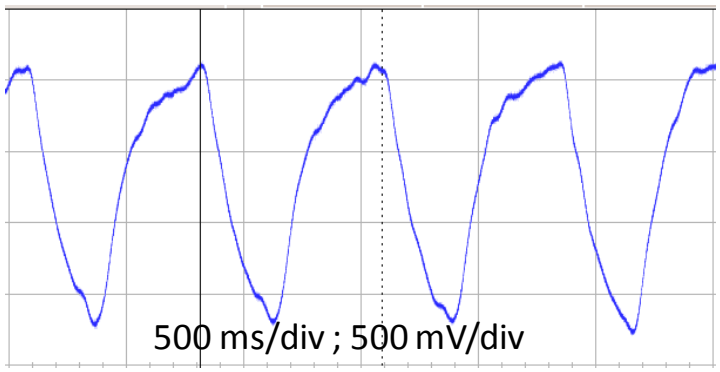


Figure 9. Mesures sur rat vigile et non contraint : sommeil, respiration lente, environ 1,2 Hz

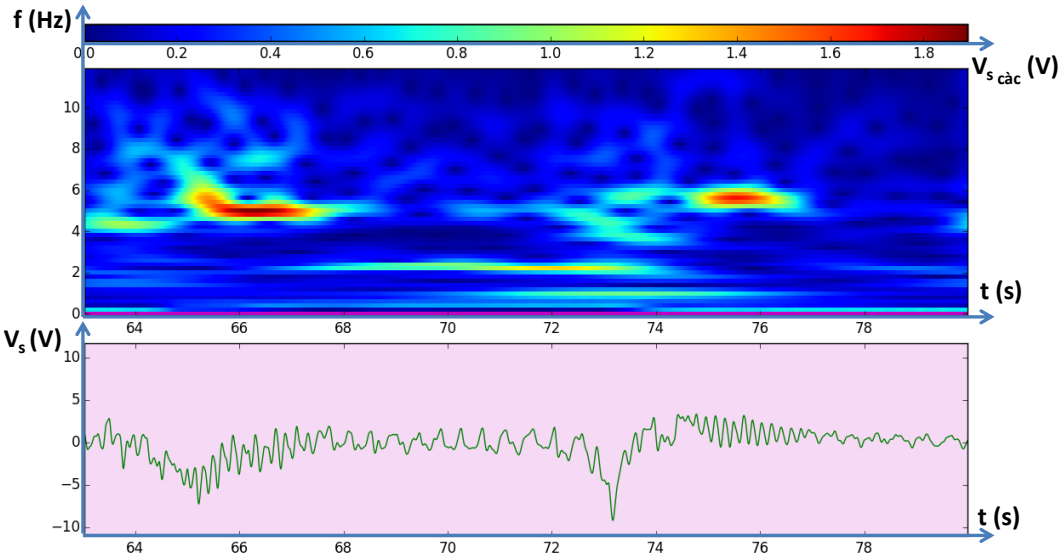


Figure 10. Mesures sur rat vigile et non contraint : respiration lente et passage en activité

Les données recueillies démontrent que le capteur EPIC permet de visualiser l'activité respiratoire du rat pendant les périodes d'éveil calme ou de sommeil (respiration lente), comme nous l'avions déjà montré chez le rat anesthésié. Mais nous pouvons aussi mesurer l'activité de flairage (respiration rapide) lorsque l'animal explore son environnement.

4. Conclusion

Les tests préliminaires réalisés avec le fantôme et les premiers résultats obtenus avec un rat vigile dans sa cage de repos montrent que les capteurs EPIC répondent à nos contraintes expérimentales et physiologiques. La faisabilité étant validée, nous poursuivons, par une démarche expérimentale, le développement de l'enceinte en optimisant le nombre et le placement des capteurs afin de couvrir tout le volume de l'espace expérimental (L = 60 cm, H = 50 cm, l = 40 cm), et d'améliorer le rapport signal sur bruit.

L'ajout d'une caméra permettra de synchroniser les enregistrements des signaux respiratoires avec l'activité du rongeur. De plus, nous envisageons d'étudier l'apport d'autres types de capteurs pour isoler les mesures de l'activité respiratoire du mouvement du rongeur.

Références

1. N. BUONVISO, C. AMAT, P. LITAUDON, «Respiratory modulation of olfactory neurons in the rodent brain», Chemical Senses, 31: 145-154 (2006)
2. L. LEFEVRE, E. COURTIOL, S. GARCIA, M. THEVENET, B. MESSAOUDI, N. BUONVISO, «Significance of sniffing pattern during the acquisition of an olfactory discrimination task», Behavioural Brain Research, 312: 341-354 (2016)
3. S.T. BEARDSMORE-RUST « Remote applications of electric potential sensors in electrically unshielded environments » University of Sussex (2010)
4. M. MAGNO, C. SPAGNOL, L. BENINI, E. POPOVICI, «A low power wireless node for contact and contactless heart monitoring», Microelectronics Journal 45 : 1656-1664 (2014)
5. D. NOBLE, C. MACDOWELL, M. MACKINNON, T. NEBLETT, N. GOOLSBY, S. HOCHMAN «Use of electric field sensors for recording respiration, heart rate, and stereotyped motor behaviors in the rodent home cage», Journal of Neuroscience Methods, 277: 88-100 (2017)
6. S. ROUX, S. GARCIA, B. BERTRAND, T. CENIER, M. VIGOUROUX, N. BUONVISO, P. LITAUDON, «Respiratory cycle as time basis: an improved method for averaging olfactory neural events», Journal of Neuroscience Methods, 152 : 173-178 (2006)

Financement : CNRS, Défi interdisciplinaire 2017 : L'Instrumentation aux limites

Liste des auteurs

Abahri Kamilia, 47–49, 137–141
Allegre Vincent, 204–207, 211–213
Angoy Alice, 148–152
Anguy Yannick, 97, 98, 211–213
Arvieu Corinne, 27
Auger François, 169–174
Azzolina Cyril, 245–252

Barbot Jean-Pierre, 12–14, 42–44
Bassel Léna, 237–243
Batsale Jean-Christophe, 20–26
Battaglia Jean-Luc, 53
Bazire Thierry, 20–26
Ben Attia Sethom Houda, 169–174
Benart Sarah, 97, 98
Benboudjema Farid, 66–71
Bennai Fares, 47–49, 137–141
Bergin Gaëtan, 142–147
Berthelot Damien, 182
Bilent Sylvie, 73–79
Bore Thierry, 66–71
Bossy Emmanuel, 94, 95
Bouriat Patrick, 54, 55
Bousquet Bruno, 237–243
Breniaux Marion, 106, 107
Broseta Daniel, 54, 55
Brown Ross, 54, 55
Bruneau Denis, 119–124
Buonviso Nathalie, 259–264

Callens Clément, 33–35
Caris-Veyrat Catherine, 148–152
Casari Pascal, 183, 184
Celorrio Ricardo, 37–39
Chapoulie Rémy, 237–243
Chemat Farid, 148–152
Chiarelli Anne-Sophie, 182
Claeys Maxence, 185–190
Courjaud Antoine, 53

Daout Franck, 47–49, 66–71, 137–141
Darquennes Aveline, 66–71
Delos Vincent, 20–26
Denis Alain, 232–236
Despaux Gilles, 56–59
Devismes Damien, 33–35
Deyra Loïc, 53
Dinh Thi-Hong-Nhung, 73–79
Drochon Agnès, 176–180
Dufour Fabien, 97, 98
Duquennoy Marc, 60–65, 191–196

Elachachi Sidi-Mohammed, 50–52
Essabbar Moad, 56–59

Favre Bruno, 259–264
Ferhat Mehdi, 47–49, 66–71, 137–141
Ferrari Maude, 45, 46, 131–136
Ferrier Catherine, 237–243
Fourer Dominique, 169–174
Fournely Eric, 197–202
François Marc Louis Maurice, 10, 11
Francais Olivier, 80–83
Fretaud Philippe, 169–174

Gaborieau Cécile, 97, 98, 211–213
Gambette Pascal, 8, 9
Gauthier Vincent, 6, 7
Gavioso Roberto Maria, 8, 9
Gavory Bastien, 53
Gervasoni Damien, 259–264
Ghidossi Rémy, 100–107
Ginisty Pascal, 148–152
Ginzarly Riham, 163–168
Godi Gael, 197–202
Godin Alexandre, 53
Goupy Pascale, 148–152
Gourlaouen Serge, 42–44
Groz Marie-Marthe, 37–39

Hamdi Seif Eddine, 50–52
Hobeika Nelly, 54, 55
Hoblos Ghaleb, 163–168
Houidi Sarra, 169–174
Houillon Nicolas, 204–207, 232–236
Hugon Olivier, 94, 95

Jacob David, 85
Jacquin Olivier, 94, 95
Joubert Pierre-Yves, 73–79

Konik Stéphane, 237–243
Kromer Robin, 27

Lacanette Delphine, 237–243
Lacoste Eric, 27
Lacot Eric, 94, 95

Lagauzere Muriel, 208–210, 214–218, 226–231, 245–252
Lamadon Thierry, 197–202
Lastennet Roland, 232–236
Le Clézio Emmanuel, 56–59
Le Guen Emilie, 27
Le Huérou Jean-Yves, 6, 7, 40, 41
Le Menn Marc, 219–225
Le Pioufle Bruno, 80–83
Le Roux Pascal, 15, 16
Leclerc Sébastien, 131–136
Leclerc Sebastien, 45, 46
Lehtihet Moncef, 87–92
Lemarquand Alice, 6, 7, 40, 41
Leng Jacques, 87–92
Ligot Dominique, 259–264
Lion Nicolas, 185–190
Litaudon Philippe, 259–264

Madonna Ripa Daniele, 8, 9
Malaurent Philippe, 232–243
Malvaut Jean, 20–26
Marguet Christine, 259–264
Mariam Houssein, 80–83
Martincic Emile, 73–79
Mateo Sylvain, 204–207
Mazet Thierry, 142–147
Mendioroz Arantza, 37–39
Messaoudi Belkacem, 259–264
Meziane Anissa, 37–39
Miegeville Laurence, 169–174
Miguel Chen Austin, 119–124
Milla-Rodrigo Maria, 53
Monfort (gramond) Sarah, 153–161
Montresor Silvio, 17–19
Mora Laurent, 119–124
Moreau Gabriel, 245–252
Moubayed Nazih, 163–168
Moulin Philippe, 100–105
Moyne Christian, 45, 46, 131–136

Naessens Fabien, 204–207, 232–243
Nguyen Manh Dat, 12–14

Obligado Martin, 208–210, 214–218
Owczarek Daniel, 182

Pedussel Jérôme, 182
Pelascini Frédéric, 33–35
Perrin Jean-Christophe, 45, 46, 131–136
Peyraube Nicolas, 204–207
Philippe Leproux, 40, 41
Picart Pascal, 17–19
Pitre Laurent, 8, 9
Placko Dominique, 42–44
Plimmer Mark D., 8, 9
Portais Jean-Christophe, 232–243
Poulichet Patrick, 80–83
Pradere Christophe, 20–26, 37–39, 87–92

Quistin Paul, 197–202

Ragot José, 2–5, 108–118
Ranchou-Peyruse Anthony, 54, 55
Ratni Badreddine, 47–49, 137–141
Rebillard Adrien, 125–130
Remy Benjamin, 142–147
Renaud Egal, 142–147
Richalot Elodie, 80–83
Rivollet Alain, 42–44
Romano Marta, 20–26
Rousseau Lionel, 80–83
Rubio Alexandre, 100–105

Saci Abdelhak, 53
Salazar Agustin, 37–39
Sbartaï Zoubir-Mehdi, 50–52
Schick Vincent, 142–147
Schmitt Francoise, 47–49, 66–71, 137–141
Sempey Alain, 119–124
Serfaty Stephane, 6, 7, 40, 41
Siriex Colette, 211–213
Sommeria Joel, 226–231
Sommier Alain, 20–26, 87–92, 119–124, 148–152, 211–213
Stefani Fabio, 40, 41
Stemmelen Didier, 45, 46, 131–136

Takhedmit Hakim, 80–83
Thuilliez Anne-Lise, 97, 98
Touil Abdelhafid, 54, 55
Touzet Marie, 97, 98
Trevisan Mathilda, 100–105

Valat Marc, 148–152
Valran Thomas, 226–231
Verdet Cécile, 211–213
Viboud Samuel, 226–231
Vicent Adrien, 100–105
Vicente Jerome, 100–105
Vourch Eric, 47–49, 66–71, 137–141

Wilkie-Chancellier Nicolas, 40, 41

Yang Yingying, 28–32

Zacharie Célien, 142–147

Zeng Liming, 106, 107
Zhang Ming, 253–258
Zhou Kedi, 54, 55