HAL
open science

Comptage de particules par ultrasons haute fréquence focalisés : application au génie biologique et médical

Fabrice Lefebvre

To cite this version:

Fabrice Lefebvre. Comptage de particules par ultrasons haute fréquence focalisés : application au génie biologique et médical. Electronique. Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambrésis, 1993. Français. NNT : 1993VALE0016 . tel-03445687

HAL Id: tel-03445687

https://uphf.hal.science/tel-03445687v1

Submitted on 24 Nov 2021

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

N° d'ordre: 93-21

1993 VALE0016

THESE

présentée à

L' UNIVERSITE DE VALENCIENNES ET DU HAINAUT CAMBRESIS

pour obtenir le titre de

DOCTEUR DE L' UNIVERSITE

Spécialité: Electronique

par

Fabrice LEFEBVRE

COMPTAGE DE PARTICULES PAR ULTRASONS HAUTE FREQUENCE FOCALISES APPLICATION AU GENIE BIOLOGIQUE ET MEDICAL

Soutenue le 30 juin 1993 devant la Commission d'Examen:

MM.	J.C. BABOUX	Président du Jury
	W. URBACH	Rapporteur
	J. VINDEVOGHEL	Rapporteur
	J.M. ROUVAEN	Directeur de Thèse
	B. NONGAILLARD	Examinateur
	C. DELEBARRE	Examinateur

Institut d'électronique et de microélectronique du nord
Département O.A.E. B.P. 311 59304 Valenciennes

N° d'ordre: 93-21

THESE

présentée à

L' UNIVERSITE DE VALENCIENNES ET DU HAINAUT CAMBRESIS

pour obtenir le titre de

DOCTEUR DE L' UNIVERSITE

Spécialité: Electronique

par

Fabrice LEFEBVRE

COMPTAGE DE PARTICULES PAR ULTRASONS HAUTE FREQUENCE FOCALISES APPLICATION AU GENIE BIOLOGIQUE ET MEDICAL

Soutenue le 30 juin 1993 devant la Commission d'Examen:

MM.	J.C. BABOUX	Président du Jury
	W. URBACH	Rapporteur
	J. VINDEVOGHEL	Rapporteur
	J.M. ROUVAEN	Directeur de Thèse
	B. NONGAILLARD	Examinateur
	C. DELEBARRE	Examinateur

iemn *Institut d'électronique et de microélectronique du nord*
Département O.A.E. B.P. 311 59304 Valenciennes

Remerciements

Ce travail a été réalisé au Département d'Opto-Acousto-Electronique (D.O.A.E.) de l'Institut d'Electronique et de Microélectronique du Nord (I.E.M.N.) UMR CNRS n°9929 dirigé par Monsieur le Professeur BRUNEEL de l'Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambrésis. Je le remercie vivement de m'avoir accueilli au sein de son laboratoire.

Je voudrais remercier Messieurs les Professeurs ROUVAEN, NONGAILLARD et BRUNEEL pour leurs précieux conseils.

Je tiens à exprimer ma reconnaissance à Messieurs VINDEVOGHEL, URBACH, BABOUX, ROUVAEN, NONGAILLARD et DELEBARRE qui ont accepté d'examiner et juger ma thèse.

Je tiens particulièrement à remercier Messieurs NONGAILLARD et RADZISZEWSKI pour leur disponibilité constante et le suivi de ce travail.

Je souhaite exprimer ma profondonde gratitude à Madame DECONINCK de l'Institut Supérieur d'Agriculture de Lille (I.S.A.) et à Monsieur GADEYNE du Laboratoire d'Analyses Médicales du Centre de Biologie du Hainaut à Valenciennes pour l'aide matérielle indispensable qu'ils m'ont apporté par la fourniture des différents milieux de culture.

Je voudrais également exprimer ma gratitude à Messieurs OUAFTOUH et OURAK pour les nombreux échanges quotidiens.

Que tous mes collègues du laboratoire trouve ici ma profonde reconnaissance pour leur soutient technique et en particulier Messieurs BOUDY, CAMUS et HAINE.

J'adresse enfin mes remerciements aux membres du service de reprographie qui ont assuré le tirage et l'assemblage de ce mémoire.

SOMMAIRE

Sommaire

Sommaire 1

Introduction générale 8

Chapitre 1 ***Le point sur les méthodes de comptage et de granulométrie des particules***

Introduction 10

1° Partie: Les méthodes globales 12

Introduction 12
I- Méthodes optiques 12
I-1 Phénomènes de diffusion de la lumière 12
I-2 Granulométrie par diffraction 14
I-2-1 Introduction 14
I-2-2 Diffraction de Fraunhofer par une ouverture circulaire 14
I-2-3 Diffraction par un grand nombre de particules 16
I-2-4 Dispositif de mesure 18
I-3 Spectroscopie à corrélation de photons 19
I-3-1 Principe de base 20
I-3-2 Détermination de la granulométrie 20
II- Méthodes acoustiques 21
II-1 Propagation des ondes acoustiques en milieu hétérogène 22
II-1-1 Phénomènes de diffusion 22
II-1-2 Différents types de diffusion 23
II-1-3 Phénomènes d'absorption 23
II-1-4 Etat de l'art 24
II-2 Spectroscopie ultrasonore utilisant une méthode de poursuite 25
II-2-1 Introduction 25
II-2-2 Principe de la spectroscopie 25

II-3 Méthodes de traitement du signal 26
II-3-1 Introduction 26
II-3-2 Modèle de convolution d'un milieu diphasé 27
II-3-3 Déconvolution par filtrage inverse 28
II-3-4 déconvolution par filtrage homomorphique 29
III- Conclusion 30

2° Partie: Les méthodes unitaires 31

Introduction 31
I- Méthodes optiques 31
I-1 Compteurs optiques à obturation de lumière 31
I-1-1 Principe 31
I-1-2 Etude simplifiée 32
I-1-3 Limitations 33
I-2 Techniques de microscopie 35
II- Méthode électrique 36
II-1 Comptage et granulométrie par compteur Coulter 36
II-1-1 Introduction 36
II-1-2 Principe 36
II-1-3 Mesure de la concentration et granulométrie 37
II-1-4 Calibration 38
III- Erreurs de coïcidence dans les compteurs de particules 38
IV- Détection acoustique de particules 38
Application à la granulométrie des particules gazeuses
IV-1 Position du problème 38
IV-2 Principe de base 38
V- Conclusion 40
Bibliographie du Chapitre 1 42

Chapitre 2 *Etude théorique et expérimentale des champs acoustiques focalisés*

Introduction 46

I- Etude théorique des champs acoustiques focalisés 47

I-1 Objectif de l'étude 47

I-2 Champ acoustique d'un piston circulaire 47

Approche par le calcul de l'intégrale de Rayleigh-Sommerfeld

I-2-1 Formulation du problème 47

I-2-2 Simulations numériques 50

I-3 Description du champ acoustique focalisé 56

I-3-1 Approche par l'intégrale de Rayleigh-Sommerfeld 56

I-3-2 Etude du champ focalisé par décomposition spectrale 62

a) Considérations préliminaires 62

b) Applications aux champs focalisés 64

II- Méthodes d'étude expérimentale des champs acoustiques 71

II-1 Relevé du champ acoustique par réflexion sur une cible géométrique 71

II-1-1 Réflecteur sphérique 72

II-1-2 Tige à bout hémisphérique 72

II-1-3 Réflecteur cônique diffractant 73

II-2 Relevé du champ à l'aide de deux lentilles confocales 73

II-3 Relevé du champ à l'aide d'une répartition d'obstacles dans le milieu de propagation ou méthode des "porosités réparties" 74

II-4 Méthodes interférométriques 75

II-5 Visualisation des champs acoustiques par interaction acousto-optique ou méthode Schlieren 79

II-5-1 Principe de base 79

II-5-2 Montage optique 80

III- Mise en oeuvre pratique des capteurs focalisés 80

III-1 Relevés expérimentaux des champs 80

III-2 Bilan des pertes du capteur 84

III-2-1 Pertes par diffraction dans la ligne à retard 85

III-2-2 Pertes de propagation dans la ligne à retard 85

III-2-3 Pertes par transmission au passage du dioptre 86

III-2-4 Pertes par atténuation dans le milieu de propagation 87

III-2-5 Pertes de conversion électro-acoustique 87

III-2-6 Pertes globales du capteur - Mesures expérimentales 89

IV- Conclusion 89

Bibliographie du Chapitre 2 91

Chapitre 3 *Comptage de particules par ultrasons haute fréquence focalisés*

Introduction 93
I- Comptage de particules à l'aide d'ultrasons haute fréquence focalisés 93
I-1 Principe fondamental du comptage de particules 93
I-2 Calcul élémentaire du flux de particules à travers une surface 94
I-3 Modes de fonctionnement 97
I-4 Problèmes des détections multiples 98
II- Le capteur ultrasonore 100
II-1 Réalisation 100
II-2 Adaptation mécanique 101
III- Description du prototype de compteur de particules 102
III-1 Principe général 102
III-2 Architecture du compteur de particules 103
III-3 Le calculateur 105
III-4 La carte de communication et de comptage PB8031 105
III-5 Le rack haute fréquence RHF 106
III-6 Le programme de gestion 109
III-7 Module de traitement des données 116
III-7-1 Aspects généraux 116
III-7-2 Préparation des données 117
III-7-3 Extraction des caractéristiques 117
III-7-4 Représentation graphique 119
IV- Conclusion 119
Bibliographie du Chapitre 3 120

Chapitre 4 *Résultats expérimentaux*

Introduction 121
I- Différents types de suspensions 121
II- Premiers résultats expérimentaux obtenus sur les suspensions biologiques 122
II-1 Méthode par absorption d'un écho 122
II-2 Détection directe par réflexion en volume 123
III- Résultats sur les étalons de granulométrie en Latex 126
III-1 Expérimentations sur les sphères de Latex 126
III-2 Etude de la rupture de pente sur les granulométries 20, 40 et 90 µm 134
III-2-1 Caractérisation de la dégradation du faisceau en milieu hétérogène 135
III-2-2 Phénomènes liés à la viscosité des suspensions 137
III-2-3 Problèmes liés à l'agitation mécanique de la suspension 138
III-2-4 Agrégation de particules 139
IV- Comptage globulaire sanguin Application à la mesure de l'hématocrite 143
IV-1 Introduction 143
IV-2 Comptage globulaire 144
V- Détermination du facteur de proportionnalité K dans le modèle linéaire 146
VI- Conclusion 147
Bibliographie du Chapitre 4 148

Conclusion générale 149

Annexes

Chapitre 1

Annexe 1-1: Etude simplifiée des compteurs optiques à obturation de lumière 151

Chapitre 2

Annexe 2-1: Discrétisation de l'intégrale de Rayleigh-Sommerfeld 154
1- Transducteur circulaire plan 154
1-1 Position du point d'observation 154
1-2 Discrétisation du problème 155
2- Source en forme de calotte sphérique 157
2-1 Position du point d'observation 157
2-2 Discrétisation du problème 169
Annexe 2-2: Champ diffracté à l'infini par une ouverture 161
Spectre angulaire d'ondes planes
1- Champ diffracté à l'infini par une ouverture 161
2- Spectre angulaire d'une lentille cylindrique (Pb. plan) 163
Annexe 2-3: Spectre angulaire d'un champ à symétrie circulaire 165
Transformation de Hankel
Annexe 2-4: Interaction acousto-optique en milieu isotrope 168
Méthode Schlieren
1- Modèle du gradient de phase 168
2- Méthode Schlieren 169

Chapitre 3

Annexe 3-1: Carte de communication et de comptage 172
Annexe 3-2: Le rack haute fréquence 177
1- L'émetteur d'impulsions EMIT 177
2- Le récepteur REC 178
3- Le détecteur rapide HSCOMP 179
4- La carte synchro-détection SDET 181
5- Traitement des détections multiples 182
6- La carte unité centrale CUCHF 182

Annexe 3-3: Estimation par intervale des paramètres statistiques d'une distribution de mesures expérimentales 183
1- Problème général 183
2- Estimation de la moyenne 183
Annexe 3-4: Test d'ajustement à une loi statistique 186
1- Principe général 186
2- Critère de décision 186

Chapitre 4

Annexe 4-1: Densité volumique, fraction volumique, facteur de dilution et espacement moyen 188
1- Densité volumique 188
2- Fraction volumique 188
3- Facteur de dilution 188
4- Espacement moyen 189
Annexe 4-2: Viscosité des suspensions 190
1- Aspect élémentaire du phénomène de viscosité 190
2- Viscosité des suspensions homogènes monodisperses 191
3- Effet de la concentration en particules 192
Annexe 4-3: Le sang 193
1- Propriétés générales 193
2- Propriétés acoustiques du sang 193
3- Propriétés rhéologiques du sang 194

INTRODUCTION GENERALE

Introduction générale

Le comptage de particules constitue un domaine particulier de la métrologie dont il n'est plus nécessaire de démontrer l'importance, tant dans le domaine industriel que dans le domaine de la recherche. Tout secteur amené à utiliser ou à fabriquer des substances poudreuses, des émulsions, des suspensions ou des pulvérisations doit se munir d'un ensemble de moyens de mesure lui donnant la possibilité de contrôler les divers paramètres caractéristiques de son produit. C'est ainsi que le comptage de particules prend une place considérable dans l'industrie agro-alimentaire pour le contrôle de la stabilité des émulsions, de la qualité des farines, etc... L'industrie des peintures et des encres est un secteur également concerné par le comptage des particules, où la granulométrie des poudres de coloration, les performances des catalyseurs et des céments constituent des paramètres déterminants dans la qualité des colorants. La métallurgie des poudres est, elle aussi, très attentive à ces techniques, notamment dans la fabrication des abrasifs. L'industrie pharmaceutique s'intéresse plus particulièrement au contrôle de la qualité de ses matières premières, ses ingrédients actifs et ses produits finis, mais aussi à l'impact de ces susbtances sur les micro-organismes. Cette liste, qui ne se veut aucunement exhaustive, pourrait être étendue sans difficulté à beaucoup d'autres domaines et montre simplement l'importance de cette activité métrologique particulière.

Le comptage n'est que rarement considéré seul. Dans beaucoup de domaines, divers autres paramètres sont nécessaires à la caractérisation complète du milieu analysé. C'est ainsi que l'on associe souvent aux systèmes de comptage et de détection des fonctionnalités permettant d'accéder à la mobilité, à la taille, à la forme ou à l'espacement moyen des particules. Actuellement, aucune technique ne permet de mesurer l'ensemble de ces caractéristiques et il faut alors combiner diverses méthodes de façon à atteindre les objectifs métrologiques que l'on s'est fixés. Il existe beaucoup de méthodes de comptage et de granulométrie, dont un certain nombre sont d'un usage courant dans l'industrie, par opposition à d'autres qui appartiennent encore au domaine de la recherche. Le premier chapitre se propose de faire un tour d'horizon de quelques unes de ces méthodes. Nous nous sommes volontairement limités aux techniques utilisant un rayonnement (optique, acoustique ou électrique) comme moyen d'investigation.

Outre une classification par type de rayonnement utilisé, on distingue deux catégories de méthodes, qualifiées respectivement de globales et d'unitaires. Les méthodes globales exploitent les modifications des propriétés d'un rayonnement avec un ensemble de particules diffusantes. Elles nécessitent donc une connaissance approfondie des mécanismes d'interaction de l'onde avec le milieu. Ces mécanismes peuvent être des phénomènes de diffraction, de diffusion ou d'absorption. Le mécanisme le plus largement employé, et qui a donné naissance à une très large gamme de systèmes de granulométrie, est le phénomène de diffraction de la lumière par des particules. D'autres systèmes, plus spécifiques aux particules submicroniques, utilisent les propriétés diffusantes de particules en mouvement brownien, permettant d'accéder à une information granulométrique grâce à des techniques de corrélation.

Les méthodes acoustiques, quant à elles, s'attachent à relier le coefficient d'atténuation des ondes ultrasonores aux propriétés de la suspension et, en particulier, aux phénomènes de diffusion et d'absorption liés à la concentration en particules. Ces techniques n'ont pas encore (ou peu) quitté le stade du laboratoire, vu la complexité des phénomènes mis en jeu et les difficultés rencontrées dans le découplage des différents paramètres. Elles nécessitent généralement des techniques élaborées de déconvolution qui posent de nombreux problèmes.

Par opposition aux méthodes globales, les méthodes de comptage unitaire sont basées sur une investigation très localisée du milieu. Elles consistent à détecter le passage individuel des particules dans une zone d'analyse physiquement bornée ou non et supposent un débit calibré de la suspension s'écoulant dans cette zone. Les méthodes les plus couramment répandues sont celles qui utilisent l'obturation d'un faisceau lumineux ou les modifications d'un champ électrique (Coulter) lors du passage d'une particule. Bien que l'investigation du milieu soit globale, la technique particulière de microscopie optique est classée parmis les méthodes unitaires puisque chaque particule est examinée individuellement. Finalement, Il faut également noter l'existence de techniques de granulométrie acoustique de particules gazeuses qui utilisent les propriétés diffusantes des bulles mises en résonance.

Les diverses méthodes présentées souffrent d'un certain nombre d'inconvénients majeurs, tels que la nécessité d'effectuer des prélèvements pour la mesure ou, pour certaines techniques, d'employer des substances additives (electrolyte,...) qui, dans le cas d'examen de milieux biologiques, s'avèrent destructives. Nous avons opté pour une démarche tout à fait originale en matière de comptage. La technique consiste, par l'utilisation d'ultrasons haute fréquence, à détecter les échos réfléchis par les particules dans une fenêtre temporelle et à en déduire la densité de population dans l'échantillon. Dans le cas de cellules biologiques, le comptage peut s'effectuer directement dans la solution sans prélèvement ni altération du milieu de culture. Cette méthode doit permettre de faciliter les suivis de cinétique d'évolution de la population sans manipulation fastidieuse.

Les gammes de taille de particules que l'on envisage de compter (quelques µm à quelques centaines de µm) nécessitent l'emploi de capteurs ultrasonores focalisés dont le diamètre du foyer doit être de l'ordre de la taille minimale des particules à détecter. Cette caractéristique permet de se placer dans les meilleures conditions de sensibilité et d'éviter les problèmes de coïncidence. De plus, cette méthode permet l'examen de milieux optiquement opaques. Il est évident que les performances d'un tel système sont grandement liées à celles du capteur et au champ qu'il produit. C'est pour cette raison que nous proposons, au cours du chapitre 2, une présentation comparative des différents moyens d'étude théorique et expérimentale des champs acoustiques.

Notre méthode de comptage étant essentiellement statistique, les différentes procédures de réglage et de mesure doivent être automatisées. Nous avons donc entrepris la réalisation d'un appareil de comptage ultrasonore doté d'une électronique performante et possèdant de nombreuses fonctionnalités d'acquisition et de traitement des mesures. Le chapitre 3 sera consacré, après un exposé détaillé du principe de comptage, à la description de notre prototype.

Finalement, le chapitre 4 présente les différents résultats que nous avons obtenus à l'aide de notre compteur. Dans un premier temps, nous avons utilisé des suspensions de particules inertes en latex, qui nous ont permis de mettre en évidence les problèmes liés à l'homogénéisation du milieu et à la concentration maximale en particules et de définir les limitations du système. Ce dernier point a pu être décrit par un paramètre caractérisant la dégradation du faisceau acoustique dans les milieux concentrés. Lors de ces expérimentations, de nouvelles potentialités sont apparues notamment pour la détection d'agrégats dans les suspensions. En dernier lieu, nous avons testé notre compteur sur le sang humain de façon à montrer la possibilité d'une mesure acoustique de l'hématocrite.

CHAPITRE I

Le point sur les méthodes de comptage et de granulométrie des particules

- Chapitre 1 -

Le point sur les méthodes de comptage et de granulométrie des particules

Introduction

La détection, la mesure de concentration, de taille ou de vitesse de particules sont devenues depuis longtemps des nécessités métrologiques primordiales. De nombreux secteurs, tant industriels que de recherche, voient leurs besoins en analyse des milieux particulaires croitre de jour en jour. De nombreuses méthodes ont été expérimentées et beaucoup d'entre elles ont été industrialisées. Les méthodes employées dépendent d'un grand nombre de facteurs dont on peut citer: le type de milieu à analyser, les conditions dans lesquelles ces analyses vont être faites, les paramètres que l'on cherche à mesurer, les gammes de mesure, la cadence des analyses, les propriétés physiques des particules, etc...

Différents matériaux pulvérulents peuvent être rencontrés en métrologie des particules: les poudres à l'état sec, les particules solides en suspension dans un fluide ou un gaz ou encore les pulvérisations de particules fluides. Dans certains domaines, tels que la biologie, les cellules dont on désire faire l'analyse constituent un cas intermédiaire dans le sens où leur constitution n'est pas clairement distincte du milieu dans lequel elles sont plongées.

On rencontre divers types d'instruments dont les spécifications sont conditionnées par les objectifs de l'analyse envisagée. Les appareils destinés aux mesures de laboratoire devront répondre à certains critères de précision et pourront utiliser des méthodes de traitement très performantes et nécessitant parfois des préparations complexes. Par contre, dans le contrôle de procédés industriels, des systèmes plus simples devront être envisagés dans le cas où à la mesure précise d'une caractéristique des particules se substitue une simple surveillance en ligne de cette même caractéristique. Il ne s'agit plus, dans ce cas, d'une méthode de mesure mais d'une technique de contrôle par comparaison à un étalonnage lié à des impératifs de qualité de production.

D'autres paramètres conditionnent le choix de tels instruments. L'opacité de la substance, par exemple, est un critère déterminant dans le choix d'une technique spécifique (optique ou autres). Certaines techniques ne sont sensibles qu'à des propriétés physiques particulières des particules et donc seule une catégorie d'appareils pourra répondre aux besoins de l'analyse. Dans d'autres cas, ce sont les conditions sévères de l'environnement de mesure qui interdiront l'utilisation d'une méthode au profit d'une autre (hautes températures, hautes pressions, environnements corrosifs par exemple).

Nous nous proposons dans ce chapitre, de faire le tour des méthodes existantes, qu'elles soient éprouvées industriellement ou encore du domaine de la recherche. Les techniques présentées ci-après possèdent toutes une caractéristique commune: elles utilisent toutes un rayonnement dont on étudie les modifications lors de son parcours dans la suspension considérée. Nous avons volontairement exclu de cette synthèse les techniques ne faisant pas appel directement à un rayonnement à savoir les méthodes de sédimentaion, de tamisage et de classement (élutriation).

Différents types de rayonnements sont envisagés et conduisent à un ensemble de méthodes telles que:

- les méthodes optiques
- les méthodes acoustiques
- les méthodes électriques

Parmis les méthodes optiques, nous distinguerons les méthodes utilisant la microscopie, les méthodes de diffraction et diffusion ainsi que les techniques d'obstruction de la lumière. Certaines méthodes acoustiques procèdent également à la mesure d'atténuation d'ondes ultrasonores traversant une suspension. D'autres se proposent, par contre, d'utiliser les propriétés résonantes des particules en tant que source d'information granulométrique ou encore les modifications des conditions d'oscillation d'une cavité. Les méthodes électriques, quant à elles, bien que relativement similaires aux compteurs optiques à obturation de lumière, utilisent les propriétés diélectriques des particules.

Nous avons préféré, quant à nous, scinder l'ensemble de ces méthodes en deux familles choisies suivant le type d'investigation de la suspension adopté. En effet, l'examen d'une suspension peut être envisagé sous deux aspects fondamentalement différents:

- méthodes d'investigation globale
- méthodes d'investigation locale ou méthodes unitaires

Les méthodes d'investigation globales prennent en compte les propriétés diffusantes, diffractantes ou réfléchissantes d'un ensemble de particules sans caractérisation d'un diffuseur particulier. Elles nécessitent souvent une connaissance approfondie des mécanismes d'interaction du rayonnement avec la suspension et devront faire appel à des techniques plus ou moins complexes de traitement du signal afin de remonter aux paramètres recherchés. Peu sensibles en détection de particules du fait du caractère global de l'examen, elles permettent, par contre, une bonne précision au niveau de la mesure de la concentration particulaire et de l'espacement moyen des diffuseurs. Cette propriété découle du moyennage sur un grand nombre de particules des paramètres physiques intervenant dans la mesure. Par contre, les méthodes unitaires s'attachent à la détection de diffuseurs pris un par un et à l'extraction de paramètres sur un diffuseur permettant de remonter aux caractéristiques de la suspension. Ces méthodes sont, par essence, très sensibles en détection d'éléments isolés et donc en contrôle de flux particulaires mais ne permettent une mesure précise de concentration que si un contrôle de l'écoulement des particules ou, plus généralement, du mouvement de celles-ci par rapport au détecteur est réalisé. Dans le cas d'investigation d'une suspension libre, le comptage doit être associé à une statistique qui doit permettre une estimation moyenne de la concentration.

Nous avons scindé ce chapitre en deux parties suivant le type d'investigation envisagé. Dans chacune de ces parties, un découpage classique suivant le type de rayonnement sera envisagé.

1° Partie

Les méthodes globales.

Introduction

Les méthodes globales ont pour objectif de déduire de l'interaction d'un rayonnement avec un ensemble de particles en suspension, les paramètres caractéristiques de cette suspension. Elles font appel à un ensemble de théories d'interaction onde-matière telles que la diffusion, la diffraction et l'absorption. Nous allons examiner dans cette première partie, un ensemble de techniques utilisant ces propriétés.

I- Méthodes optiques

Dans un premier temps nous allons examiner quelques méthodes de comptage et de granulométrie par voie optique, mais avant d'aller plus loin, il nous semble important de préciser quelques notions concernant la diffusion d'une onde lumineuse par une particule. Différents modèles théoriques décrivant cette diffusion doivent être envisagés suivant l'importance de la taille des particules vis-à-vis de la longueur d'onde du rayonnement.

I-1 Phénomènes de diffusion de la lumière [ALL-2]

La diffusion est le phénomène par lequel une particule emprunte de l'énergie à une onde et la redistribue dans l'espace. En matière de diffusion, plusieurs cas doivent être envisagés, ce qui conduit à différentes topologies de diagrammes de diffusion.

Dans le cas de particules petites devant la longueur d'onde ($d \ll \lambda/10$), le phénomène de diffusion est décrit par la théorie de Rayleigh. L'intensité diffusée dans une direction θ, par rapport à la direction de propagation de la lumière incidente, est proportionnelle au carré du volume de la particule:

$$I_\theta = |\alpha^2| \cdot \left[\frac{2\pi}{\lambda_m}\right]^4 \cdot \frac{1+\cos^2\theta}{2r^2}$$

Où: α est un facteur dépendant du volume de particule.
r est la distance de la particule au point d'observation.
λ_m est la longueur d'onde lumineuse dans le milieu environnant.
θ est l'angle d'observation par rapport à la direction de propagation du faisceau incident.

Dans le cas de sphères, le facteur α est donné par:

$$\alpha = \frac{3\,(m^2 - 1)}{(m^2 + 2)} \frac{V}{4}$$

Où: **m** est l'indice de réfraction de la particule par rapport au milieu environnant.
V est le volume de la particule.

La figure I-1(A) montre le diagramme de diffusion d'une particule dans les conditions de Rayleigh. La particularité de ce diagramme est sa forme symétrique.

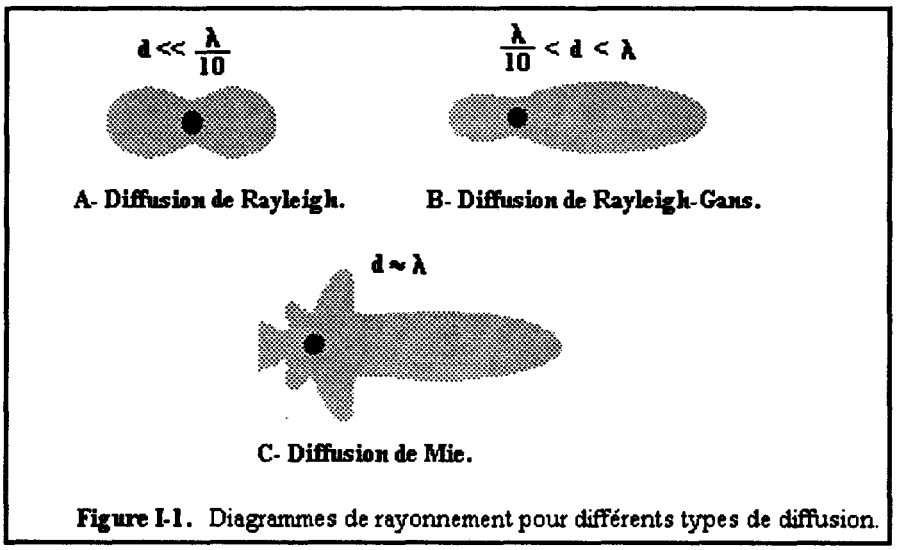


Figure I-1. Diagrammes de rayonnement pour différents types de diffusion.

Lorsque le diamètre de la particule augmente ($\lambda/10<d<\lambda$), les phénomènes se complexifient et la diffusion doit être décrite par la théorie de Rayleigh-Gans. Le diagramme de diffusion se modifie pour prendre un caractère dissymétrique (figure I-1(B)). L'intensité diffusée dans la direction θ s'écrit, pour des particules sphériques:

$$I_\theta = \frac{k^4 V^2 (m-1)^2}{8\pi^2 r^2} \left[\frac{3}{u^3} (\sin(u) - u.\cos(u)) \right]^2 (1 + \cos^2\theta)$$

Avec:

$$u = \frac{2\pi d}{\lambda_m} \sin(\theta/2)$$

$$k = \frac{2\pi}{\lambda_m}$$

Où: **d** est le diamètre des particules.

Lorsque la taille des particules augmente encore et devient comparable à la longueur d'onde ($\lambda \approx d$), la théorie complexe de Mie est utilisée. L'interaction de la particule avec la lumière est très forte et le diagramme de rayonnement montre des minima et des maxima très prononcés (figure I-(C)). Le relevé de ces minima et maxima peut être utilisé à des fins granulométriques. Cette théorie, très compliquée, nécéssite la recherche de coefficients dits d'extinction, d'absorption et de diffusion de la particule par la résolution des équations de Maxwell à l'intérieur et à l'extérieur de celle-ci, en supposant connu l'indice de réfraction complexe **[MOU-R2]**.

Quand la taille des particules devient supérieure à la longueur d'onde (dans la pratique $d>4\lambda$), la contribution des phénomènes de réfraction à l'intérieur de la particule diminue devant les phénomènes de diffraction extérieurs à celle-ci. La théorie de Mie se simplifie et conduit à celle de

Fraunhofer développée dans le cadre de l'optique géométrique. L'intensité diffusée dans la direction θ est celle diffractée par une ouverture circulaire:

$$I_\theta = \frac{J_1\left[\frac{\pi d}{\lambda_m}\sin(\theta)\right]}{\frac{\pi d}{\lambda_m}\sin(\theta)}$$

Où: J_1 est la fonction de Bessel du 1° ordre et de 1° espèce.

Dans cette description succinte des phénomènes de diffusion de la lumière, nous n'avons considéré qu'une seule particule en interaction avec la lumière. Dans le cas des méthodes globales envisagées, nous devons nous attacher à décrire l'interaction du faisceau optique avec un ensemble de particules. La plupart des sytèmes optiques utilisant les propriétés de diffusion travaillent à faible concentration de particules de façon à se prémunir des problèmes de diffusions multiples et des contraintes d'opacité du milieu. C'est à cette condition que les théories précédentes pourront être appliquées au traitement de l'information optique reçue par les détecteurs.

Nous présentons dans cette première partie, deux systèmes. L' un est basé sur la mesure de la figure de diffraction d'une suspension de particules (granulométrie Laser par diffraction). L'autre système, plus particulièrement réservé aux particules de petites tailles (≈ 2 nm à 2 µm), est basé sur la diffusion de la lumière à 90°.

I-2 Granulométrie par diffraction

I-2-1 Introduction

Le phénomène de diffraction d'une onde lumineuse, dû à la limitation matérielle de l'étendue d'une source est connu depuis très longtemps. Ce phénomène a été observé pour la première fois par Grimmaldi vers 1660 **[PER]**.L'interprétation théorique de ce phénomène se fit à partir de la théorie ondulatoire de la lumière dont les précurseurs sont C. Huygens et H. Fresnel qui y apportèrent leurs contributions, respectivement à partir de 1678 et 1818. Ces contributions sont rassemblées sous la dénomination de principe de Huygens-Fresnel. En 1882, G. Kirchhoff donne à ce principe des bases mathématiques solides qui seront complétées par Sommerfeld en 1894. Ce dernier, par l'introduction du formalisme des fonctions de Green, aboutira à la théorie de diffraction de Rayleigh-Sommerfeld. C'est à partir de cette formulation du principe de Huygens-Fresnel et sous certaines approximations, que la diffraction d'une onde monochromatique plane par des ouvertures diverses a put être calculée.

Dans le domaine de la granulomètrie, c'est l'approximation de Fraunhofer qui est la plus couramment retenue et les figures de diffraction calculées sont celles produites par des ouvertures circulaires.

I-2-2 Diffraction de Fraunhofer par une ouverture circulaire

Une ouverture circulaire, placée sur le trajet d'une onde lumineuse monochromatique plane située dans un plan source **P1** (figure I-2), diffracte la lumière et l'ont peut recueillir sur un écran d'observation **P2**, la figure de diffraction correspondant à l'ouverture considérée.

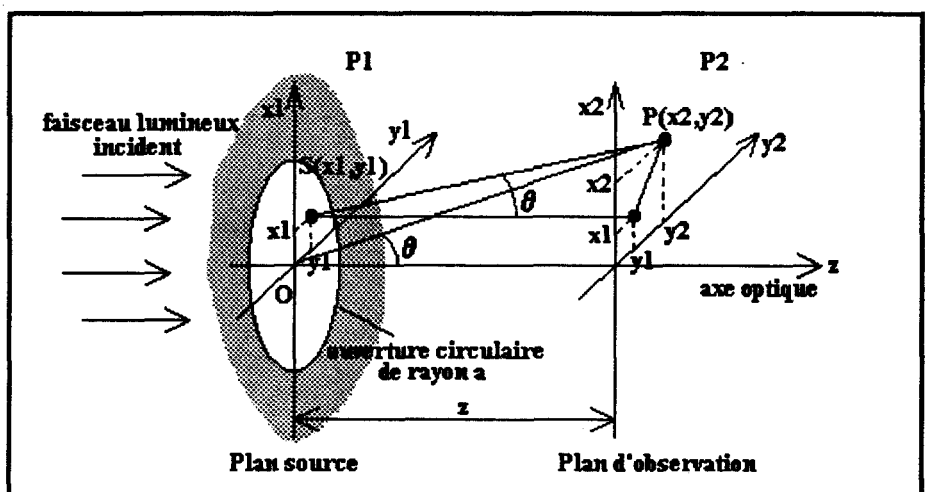


Figure I-2. Géométrie du problème de la diffraction.

Dans les conditions de Fraunhofer, c'est-à-dire lorsque la plan d'observation **P2** est loin de l'ouverture diffractante (diffraction à l'infini) et lorsque l'on observe la figure de diffraction dans une zone proche de l'axe optique **Oz** (approximation des petits angles), l'application du principe de Huygens-Fresnel permet d'interpréter la figure de diffraction **ψ(p)** comme la transformée de Fourier bidimentionnelle de la transmittance de l'ouverture diffractante **t(s)**:

$$\psi(p) = TF[t(s)]$$

Dans le cas d'une ouverture circulaire de rayon **a** et de transmittance **t(s)=1** pour **r<a et t(s)=0** ailleurs, le spectre de l'intensité diffractée prend la forme d'une figure d'Airy (figure I-3) composée d'une succession d'anneaux concentriques alternativement lumineux et sombres. La distribution d'intensité peut s'écrire **[GOO]**:

$$I(\theta) = |\psi(\theta)|^2 = K\left[\frac{k\,a^2}{2z}\right]^2 \left[2\frac{J_1\left[k\,a\sin(\theta)\right]}{k\,a\sin(\theta)}\right]$$

Où: **K** est une constante qui ne dépend pas des caractéristiques géométriques de l'ouverture.

k est le nombre d'onde.

z est la distance du plan d'observation au plan source.

a est le rayon de l'ouverture.

θ est la direction d'observation considérée.

J_1 est une fonction de Bessel de 1° espèce.

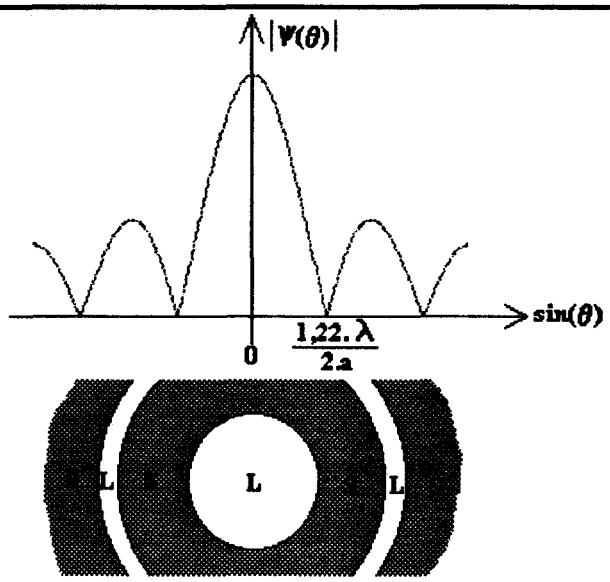


Figure I-3. Figure d'Airy. Spectre d'intensité diffractée en fonction de la direction considérée.

Le rayon du lobe central permet de déterminer la position du premier minimum d'intensité lumineuse par rapport au centre de la figure d'Airy. Ce minimum est donné en fonction de l'angle d'observation θ par:

$$\sin(\theta) = 1{,}22\,\frac{\lambda}{2a}$$

Si l'ouverture considérée est une particule en suspension dans un fluide, cette relation constitue le principe de base des granulomètres à diffraction. La mesure de la position du premier minimum de l'intensité diffractée permet la mesure du diamètre **2a** de la particule.

I-2-3 Diffraction par un grand nombre de particules

Dans le cas d'un grand nombre de particules diffractantes de même diamètre (ouvertures circulaires) réparties aléatoirement dans le plan source **P1**, l'intensité diffractée garde la même morphologie que celle obtenue dans le cas d'une seule particule **[COR-E4]**. On montre que les positions des pics et des minima de la figure d'Airy sont identiques mais que l'intensité est multipliée par le nombre de particules **N** situées dans le faisceau lumineux **[MAR]**. Ces résultats ne sont valables que sous certaines conditions:

* particules circulaires et parfaitement opaques.
* faible concentration (pas de diffusions multiples, ni de recouvrement de particule)
* particules de grande taille devant la longueur d'onde.
* distance d'observation grande par rapport à la taille des particules et par rapport aux dimensions du volume observé.

Dans le cas d'une suspension de ce type, l'intensité diffractée comporte un pic central très lumineux, correspondant à la fraction d'énergie incidente non-diffractée, sur lequel se superposent les anneaux d'Airy. Si les particules n'ont pas le même diamètre, mais se distribuent suivant un spectre de tailles, les figures de diffraction correspondant à chaque classe de taille vont se

superposer et il ne sera plus possible d'extraire l'information de diamètre par une lecture directe du spectre de diffraction (figure I-4) **[COR72]**.

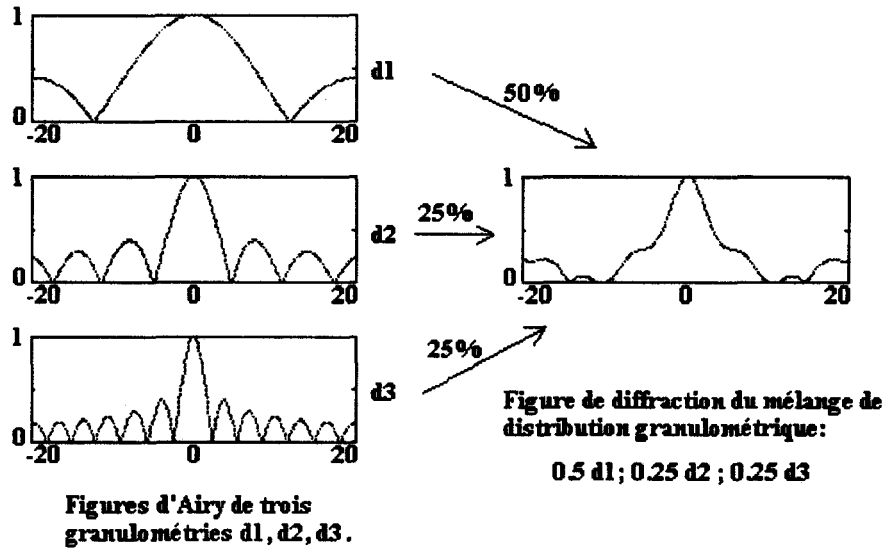


Figure I-4. Figures de diffraction de trois suspensions monodisperses et d'un mélange de ces suspensions.

On adopte ici, une méthode d'ajustement au sens des moindres carrés du spectre expérimental à une figure de diffraction théorique. On scinde la dynamique de mesure en un certain nombre de gammes de diamètres standardisés ou classes granulométriques **[ALL-P1]** et on calcule pour chaque classe, la figure d'Airy correspondant à une particule. Pour une proportion $\mathbf{N_i}$ de particules de diamètre $\mathbf{d_i}$, l'intensité totale diffractée sera dans le cas de diffuseurs indépendants:

$$I_i^{th}(r_j) = N_i.I_i(r_j)$$

Où: $\mathbf{I_i(r_j)}$ est un vecteur représentant le spectre de diffraction théorique d'une particule de diamètre $\mathbf{d_i}$.

$\mathbf{r_j}$ est la distance à l'axe **z**.

Pour un ensemble de **m** classes granulométriques, l'intensité sera:

$$I^{th}(r_j) = \sum_{i=1}^{m} N_i \cdot I_i(r_j)$$

qui s'écrit sous la forme matricielle:

$$[I^{th}] = [I].[N]$$

Où: **[I]** est une matrice dont la $i^{ième}$ colonne est la figure d'Airy d'une particule de diamètre $\mathbf{d_i}$.

[N] est le vecteur proportion représentant la distribution granulométrique.

$\mathbf{[I^{th}]}$ est le spectre de l'intensité diffractée totale théorique pour la distribution **[N]**.

Le diagramme de diffraction expérimental $[I^{exp}]$ est relevé à l'aide d'une matrice de photodétecteurs dont la position d'un élément correspond à un diamètre donné de particule suivant la norme granulométrique adoptée. On détermine ensuite, par calculateur, le vecteur distribution granulométrique **[N]** par une méthode des moindres carrés en minimisant le résidu:

$$\varepsilon = | [I^{exp}] - [I^{th}] |^2$$
$$= | [I^{exp}] - [I].[N] |^2$$

Lorsque le minimum du résidu ε est atteint, le vecteur **[N]** donne la concentration relative de particules de diamètre $\mathbf{d_i}$ (ou classe de diamètre). Cette technique ne permet donc pas d'accéder à la concentration absolue de particules en terme de nombre de particules par unité de volume mais seulement à une proportion de la concentration globale correspondant à la classe granulométrique $\mathbf{d_i}$ (distribution granulométrique équivalente).

I-2-4 Dispositif de mesure

Egalement appelé système L.A.L.L.S. (Low Angle Laser Light Scattering), les granulomètres basés sur ce principe font l'objet d'une large diffusion commerciale. Sur la figure I-5, on pourra voir un exemple de système où l'on retrouve la source Laser, le système optique et la matrice de détecteurs. Un expanseur est utilisé pour élargir le faisceau Laser de façon à illuminer l'ensemble du volume d'analyse à l'aide d'un faisceau parallèle. A la sortie de la cellule d'analyse, une lentille de focalisation est utilisée pour amener la figure de diffraction à une distance finie, c'est à dire sur la matrice de photodétecteurs.

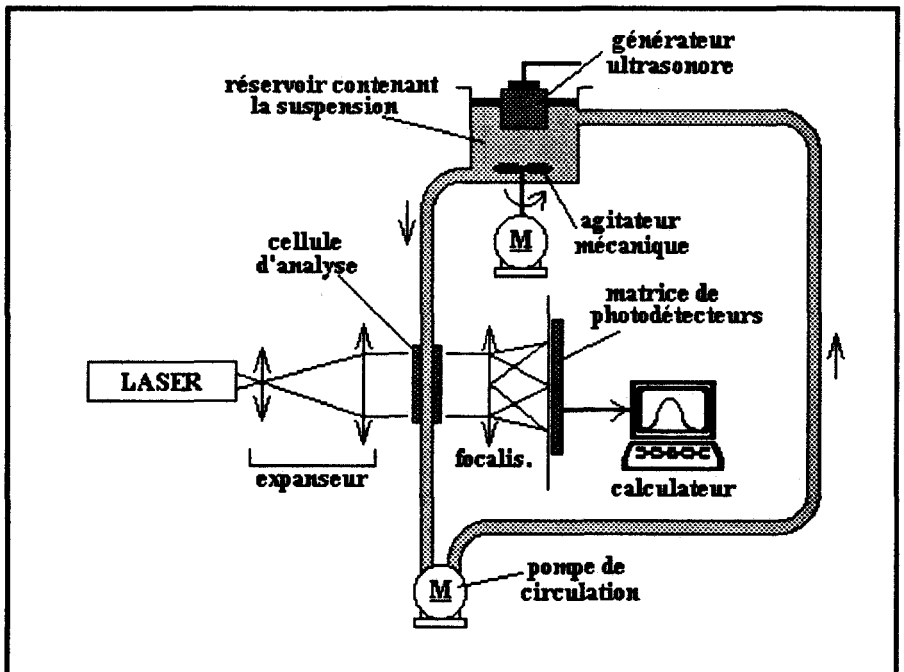


Figure I-5. Granulomètre Laser commercial.

La suspension, homogénéisée par un agitateur mécanique, est mise en circulation dans la cellule de mesure à l'aide d'une pompe. Un générateur ultrasonore permet de se prémunir contre d'éventuels agrégats de particules **[COR72]**. Les systèmes les plus performants permettent, en fonction de la taille et des caractéristiques des particules, de construire des matrices théoriques $[I^{th}]$ suivant d'autres modèles que celui de la diffraction de Fraunhofer. Certains appareils travaillent à partir de modèles de diffusion très élaborés, prenant en compte l'indice de réfraction

complexe de la particule (diffusion de Mie), ou bien tiennent compte des phénomènes de diffusions multiples. D'autres systèmes vont même jusqu'a permettre l'entrée manuelle de la matrice $[I^{th}]$ pour des configurations très spécifiques d'interaction de la lumière avec la suspension. Les appareils du commerce permettent la mesure de distributions granulométriques dans des gammes de tailles pouvant aller de 0.1 à 2000 µm, pour des concentrations de particules en volume (par rapport à une classe granulométrique moyenne) de quelques pourcents.

I-3 Spectroscopie à corrélation de photons

I-3-1 Principe de base

Cette technique repose sur la mesure de caractéristiques de diffusion d'une suspension de particules de petites dimensions en mouvement Brownien. Un faisceau lumineux issu d'un Laser est focalisé à l'intérieur d'une cellule d'analyse contenant la suspension de particules (figure I-6). Celles-ci changent sans cesse de position du fait des mouvements d'origines thermique et Brownien [LAV85]. Ces mouvements provoquent des fluctuations aléatoires dans la quantité de photons frappant un détecteur optique placé à angle droit par rapport au faisceau lumineux incident. Les ouvertures **P1** et **P2** permettent le filtrage spatial de la composante de diffusion à 90°. Le signal électrique généré par le photodétecteur est semblable à un signal de bruit dont la dépendance temporelle peut être décrite par un coefficient de diffusion lié à la taille des particules, à la température et la viscosité. Les fluctuations du signal électrique sont ensuite analysées par une technique d'autocorrélation.

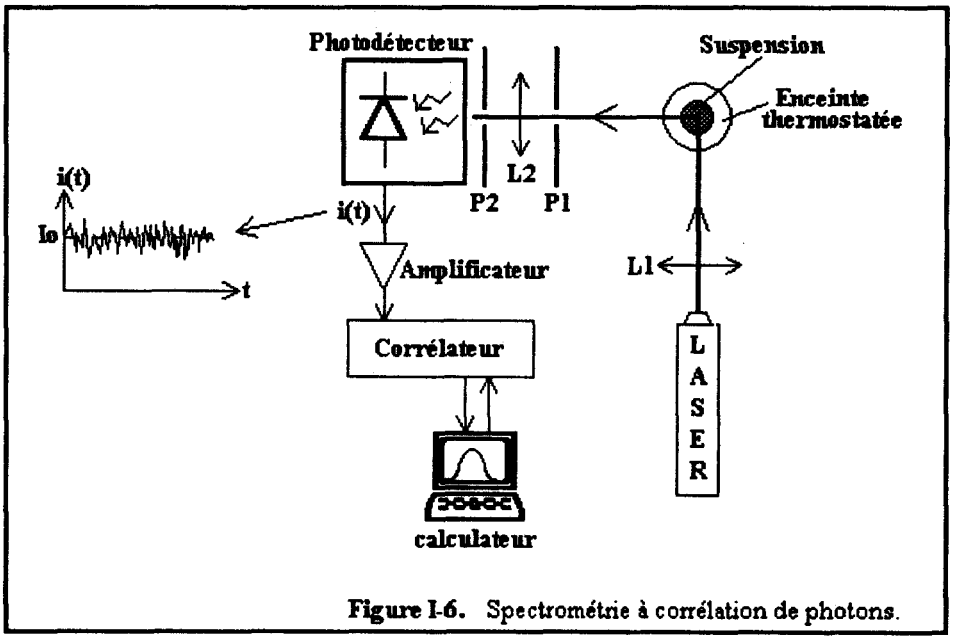


Figure I-6. Spectrométrie à corrélation de photons.

La cellule d'analyse est placée dans une enceinte thermostatée de façon à empêcher les variations du coefficient de diffusion en fonction de la température ambiante.

I-3-2 Détermination de la granulométrie

L'analyse des fluctuations d'intensité lumineuse permet, par une technique d'autocorrélation, de déterminer le coefficient de diffusion des particules. La fonction d'autocorrélation du signal

reçu par le détecteur est donnée par:

$$G(\tau) = \int_{-\infty}^{+\infty} I(t).I(t+\tau)\,dt$$

Divers travaux ont montré que cette fonction d'autocorrélation est donnée, dans le cas d'une suspension mono-disperse, c'est à dire à distribution granulométrique unimodale étroite **[STE84, ALL-P1, ALL-2]**, par:

$$G(\tau) \approx \exp[\,-2.\Gamma.\tau\,]$$

Où: $\Gamma = K^2.D$

- **K** est une constante ne dépendant que des paramètres du système:
- τ est la variable temps.

$$K = \frac{4\pi n}{\lambda}\sin(\theta/2)$$

Où:
- **n** est l'indice de réfraction du milieu.
- λ est la longueur d'onde du faisceau Laser dans le vide.
- θ est l'angle d'observation du diffusé.

D est le coefficient de diffusion des particules connu sous le nom de formule de Stockes-Einstein **[BERT, LAV85]** et calculé par ce dernier dans sa théorie simplifiée du mouvement Brownien:

$$D = \frac{kT}{3\pi\mu d}$$

Où:
- **k** est la constante de Boltzman.
- **T** est la température absolue régnant dans la suspension.
- μ est la viscosité dynamique du fluide matrice.
- **d** est le diamètre des particules.

Le relevé expérimental de la fonction d'autocorrélation $G(\tau)$ permet l'estimation du coefficient de diffusion de Stockes-Einstein qui donne le diamètre **d** des particules. La figure I-7, ci-après, montre la fonction d'autocorrélation obtenue dans le cas d'une suspension monodisperse.

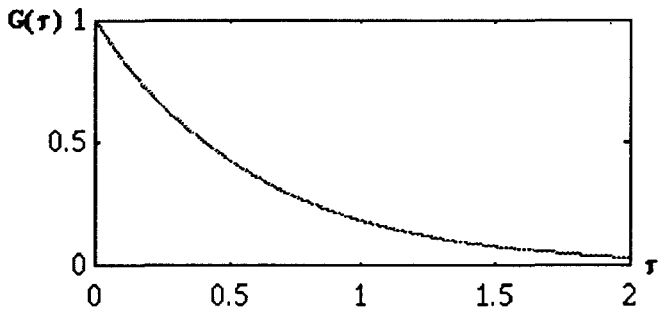


Figure I-7. Exemple de fonction d'autocorélation rencontrée en spectroscopie à corrélation de photons.

Dans le cas de suspensions polydisperses, la fonction d'autocorrélation est la somme des contributions des différentes populations et un traitement de déconvolution permet de déterminer la distribution granulométrique **[ALL-2]**.

Ce type d'appareil est en général réservé à l'examen de suspensions de particules submicroniques, seules sensibles au mouvement brownien, la gamme de tailles s'étendant de 2 nm à 2 µm environ. De par son principe, le fonctionnement en ligne n'est pas autorisé et le système nécessite une très forte dilution de la suspension. La concentration maximale acceptable par les appareils du commerce est généralement de l'ordre de 10^{-3} % en volume pour quelques ml d'analyse.

II- Méthodes acoustiques

Nous allons examiner, dans les paragraphes qui suivent, les méthodes utilisant les ondes acoustiques comme moyen d'investigation des milieux contenant des particules. En matière de méthodes globales, le principe fondamental repose sur la mesure des corrélations existantes entre le coefficient d'atténuation et les caractéristiques de la suspension (concentration en particules, distribution granulométrique, espacement moyen,...). Sous le terme d'atténuation, on a coutume de regrouper toute perte d'énergie que subit une onde au cours de sa propagation. Les mécanismes qui causent ces pertes d'énergie sont très divers et sont plus ou moins importants suivant le milieu considéré.

Parmis ces mécanismes, on peut distinguer les phénomènes de diffusion (dont la diffraction est un cas particulier) dus aux fluctuations locales de densité et de compressibilité (présence de diffuseurs) **[JON84]** et les phénomènes d'absorption par frottement visqueux ou par relaxation.

L'atténuation d'une onde acoustique se propageant dans un matériau peut être décrite simplement par la loi d'atténuation de Beer **[ROS88]**:

$$I(x) = I_0.\exp[\,-\alpha(f).x\,]$$

Où: $\alpha(f)$ est le coefficient d'atténuation fonction de la fréquence.
I_0 est l'intensité en $x=0$.
$I(x)$ est l'intensité à la distance x.

$\alpha(f)$ décrit l'atténuation globale de l'onde compte-tenu des différents mécanismes mis en jeu:

$$\alpha(f) = \alpha_{sca}(f) + \alpha_{abs}(f)$$

Où $\alpha_{sca}(f)$ est le coefficient d'atténuation du à la diffusion.
$\alpha_{abs}(f)$ est le coefficient d'atténuation du à l'absorption.

Après avoir introduit quelques problèmes liés à la propagation d'ondes ultrasonores en milieux hétérogènes, nous donnerons quelques exemples d'application de cette technique ainsi que les méthodes de traitement du signal nécessaires à l'extraction des différents paramètres caractéristiques.

II-1 Propagation des ondes acoustiques en milieu hétérogène

II-1-1 Phénomènes de diffusion

Parmi les descriptions les plus classiques de la propagation des ondes acoustiques dans les milieux en suspension, la première est celle qui fait appel à la notion de section efficace de diffusion. Cette notion permet de caractériser l'action d'une ou d'un ensemble d'hétérogénéités sur une onde. Dans le cas d'une faible concentration en particules et lorsqu'il n'y a pas de diffusions multiples, elle permet une évaluation rapide des conditions de propagation.

La section efficace de diffusion d'un élément diffractant est définie par le rapport entre la puissance diffusée par l'objet et l'intensité incidente frappant celui-ci:

$$Q_s = P_s / I_p$$

Elle peut être physiquement interprétée comme étant la surface droite qui intercepterait une énergie égale à l'énergie diffusée. De nombreux auteurs ont calculé cette section efficace dans le cas d'un diffuseur sphérique et d'un faisceau incident d'ondes planes longitudinales ou transversales (Ying, Truell, Elbaum, Chick, Lefebvre). Elle met en évidence les liens intimes entre la taille du diffuseur et la longueur d'onde du rayonnement en faisant apparaitre des pics de résonance en fonction de la fréquence **[PER84]**. Dans une suspension comportant des diffuseurs dispersés en taille, les phénomènes de résonance se mélangent et les pics correspondants sont moins nets.

Pour un ensemble de diffuseurs de même taille, répartis aléatoirement dans le volume, et pour une concentration n_0 relativement peu importante, le coefficient d'atténuation dû à la diffusion, précédemment défini s'écrit:

$$\alpha_{sca} = n_0 . Q_s$$

Lorsque la concentration augmente et que les phénomènes de diffusions multiples ne peuvent plus être négligés, la section efficace doit être corrigée.

Une deuxième théorie a été élaborée par Schuster en 1905. Cette théorie, dite du transport d'énergie, établi le bilan d'énergie dans un milieu comportant des hétérogénéités lors de la propagation d'une onde. Bien qu'elle ait permis de résoudre de nombreux problèmes, la théorie du transport est difficilement applicable en acoustique où des changements de modes peuvent se produire lors de la propagation **[PER84]**.

Une autre modélisation proposée par Foldy, Lax, Waterman, Truell, Keller, nommée théorie analytique est basée sur un bilan en amplitude en introduisant les propriétés diffusantes et absorbantes de chaque hétérogénéité. Cette théorie a été appliquée, entre autres, à la modélisation de la propagation sous-marine en présence de bulles de gaz par Arzelies et Gazanhes **[ARZ79, GAZ84]**. Toutefois cette méthode n'est applicable que pour une configuration connue de diffuseurs, ce qui limite fortement son domaine d'utilisation.

Une autre démarche plus simple, proposée par Perdigao **[PER84]**, consiste à considérer que les hétérogénéités ne perturbent pratiquement que la phase de l'onde sans altération significative

de l'amplitude (faibles réflexions). Ce modèle ou modèle du gradient de phase fait apparaitre deux régimes de propagation:

- un régime cohérent correspondant à l'onde directe transmise sans réflexion dans le milieu matrice.
- un régime incohérent correspondant à l'énergie diffusée par la deuxième phase.

Les expériences menées par Perdigao ont confirmé l'existence de ces deux régimes et la dégradation du régime cohérent en régime incohérent a pu être mise en évidence en fonction de la distance de propagation et de la concentration en diffuseurs.

II-1-2 Différents types de diffusion

Plusieurs configurations de diffusion peuvent être envisagées et sont résumées sur la figure I-8. Le cas envisagé précédement est le cas de la diffusion simple (figure I-8(A)) où les diffuseurs sont indépendants. Lorsque la concentration augmente, des phénomènes de diffusions multiples se produisent: l'énergie qui frappe une particule a déjà été diffusée par une ou plusieurs autres particules.

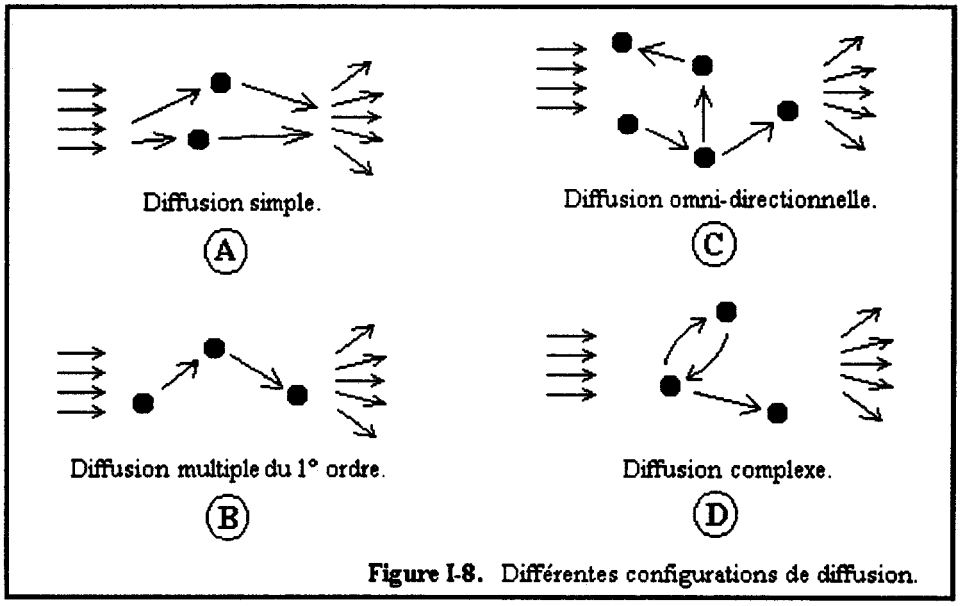


Figure I-8. Différentes configurations de diffusion.

Dans l'approximation faite par Twersky à partir de la théorie analytique **[ARZ79]**, la diffusion met en jeu à chaque fois un nouveau diffuseur et se produit dans le sens du vecteur propagation: c'est la diffusion du 1° ordre (figure I-8(B)). Un cas plus complexe fait appel à la diffusion omnidirectionnelle (figure I-8(C)). Un autre cas de figure, plus réaliste, mais extrêmement difficile à résoudre met en oeuvre plusieurs fois le même diffuseur (figure I-8(D)).

II-1-3 Phénomènes d'absorption

Les phénomènes d'absorption, qui constituent la deuxième composante responsable de l'atténuation, comportent du point de vue phénoménologique, deux aspects.

L'absorption visqueuse dans un fluide est due aux forces de frottement qui s'opposent au déplacement des particules de matière lorsque le fluide est perturbé par les mouvements périodiques associés au passage de l'onde. L'énergie est perdue par effets thermiques. Ce phénomène croît avec la fréquence, vu que la force de frottement est proportionnelle à la vitesse relative de déplacement des particules de matière.

Le deuxième aspect de l'absorption concerne les phénomènes de relaxation. La relaxation est le processus par lequel un milieu écarté de sa position d'équilibre par une perturbation, va restituer l'énergie apportée par cette perturbation en un temps fini τ, appelé temps de relaxation, lors de son retour à l'équilibre. L'absorption est liée aux recombinaisons de phase entre l'onde perturbatrice et le phénomène de relaxation. Lorsque $\tau \ll T$ (T: période de l'onde), le déphasage entre la perturbation et la relaxation est négligeable et l'absorption par ce processus n'est pas significative. Quand T diminue, le déphasage augmente et les recombinaisons provoquent une atténuation de l'onde qui passe par un maximum pour $\tau = T$. Dans le domaine des hautes fréquences, c'est à dire pour $\tau \gg T$, la relaxation n'a pas le temps de se produire et l'absorption par ce mécanisme est négligeable.

La figure I-9 résume les évolutions des deux types d'absorption en fonction de la fréquence.

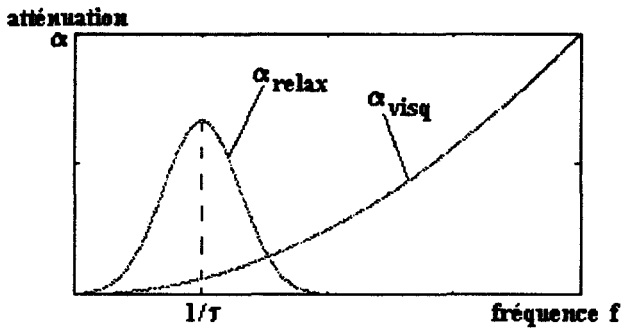


Figure I-9. Absorption par relaxation et par frottement visqueux.

II-1-4 Etat de l'art

De nombreuses études sont actuellement menées de façon à caractériser le coefficient d'atténuation ultrasonore dans le cas où la diffusion multiple ne peut pas être négligée. Un intérêt particulier est donné à la caractérisation des suspensions et des émulsions dans le domaine agro-alimentaire (lait, vinaigrette,...) **[CLE90, CLE91, MIL90, SCH90]** où, du fait des fortes concentrations et des problèmes d'opacité, les méthodes optiques ne sont pas applicables. Dans le domaine biomédical, la mesure d'atténuation des ultrasons dans les milieux sanguins constitue un pôle de recherche très porteur dans la mesure où il est possible de relier les conditions de propagation des ondes aux différentes caractéristiques du milieu telles que la numération globulaire, ou la composition physico-chimique dont la modification peut être corrélée à un état pathologique.

Malgré les nombreuses difficultés d'ordre théorique et expérimental rencontrées, un appareil à caractère industriel, basé sur le principe de mesure d'atténuation, a été développé pour des applications spécifiques aux traitements des minéraux **[ALL-P1, ALL2]**. Ce système utilise comme principe théorique de base, une fonction d'atténuation valable pour une distribution granulométrique étroite, dérivée des travaux d'Allegra et Hawley **[ALL72]**. Les auteurs ont monté que, dans des conditions expérimentales données, l'utilisation de deux fréquences appropriées permet de séparer les informations de taille et de concentration. La concentration maximale en régime normal peut atteindre jusqu'à 60% en volume. Les mesures d'atténuation sont ajustées au modèle théorique par des méthodes de programmation linéaire de façon à obtenir la distribution granulométrique complète **[ALL-P1]**. Ce système nécessite un dégazage efficace de la suspension afin de réduire les erreurs de mesure d'atténuation dues à la présence de bulles d'air.

II-2 Spectrométrie ultrasonore utilisant une méthode de poursuite

II-2-1 Introduction

Cette méthode constitue une alternative à la mesure d'atténuation d'une onde ultrasonore puisqu'elle consiste à examiner les modifications des conditions d'oscillation d'une cavité ultrasonore en fonction de la composition du milieu dans lequelle le résonateur est plongé. La spectrométrie est donc appliquée ici à la mesure de la vitesse de phase d'une vibration ultrasonore liée à la composition d'une solution binaire **[DIO88,DIO90]**.

II-2-2 Principe de la spectroscopie

Dans ce système, on utilise un résonateur (figure I-10) composé de deux plaques de céramiques piézoélectriques parallèles d'épaisseur **e** et séparées par un interstice de largeur **a** où est placé la solution à analyser.

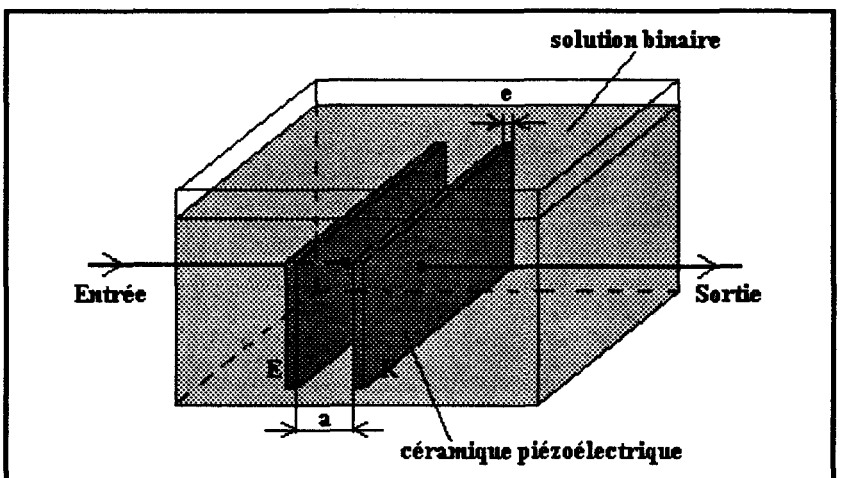


Figure I-10. Cellule de mesure à cavité acoustique.

La technique employée ici, est la technique T.O.U.S. (Transmission Oscillator Ultrasonic Spectrometer) dans laquelle la cavité est insérée dans une boucle à verrouillage de phase **[GIR]**. Toute modification de la vitesse **v** des ultrasons dans la solution binaire entrainera un déphasage $\varphi_{parcours}$ entre la pastille émettrice et la pastille réceptrice:

$$\varphi_{parcours} = 2\pi.f.a/v$$

Ce déphasage est appliqué au comparateur de phase (figure I-11) pilotant le V.C.O. après intégration par un filtre passe-bas.

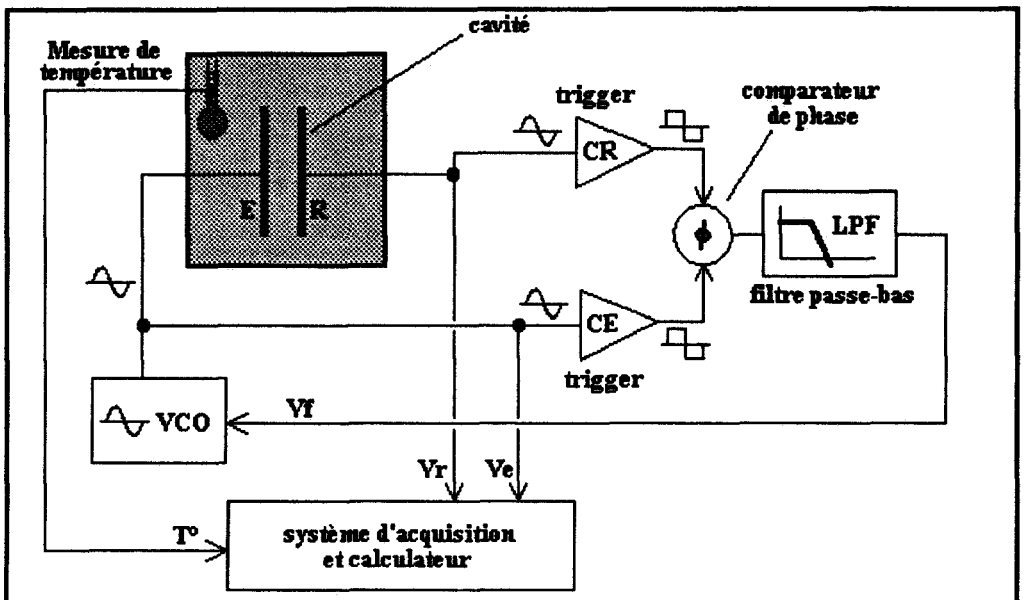


Figure I-11. Système de poursuite de la fréquence de la cavité à l'aide d'une boucle à vérouillage de phase.

Le PLL cherche alors, a corriger la fréquence de travail de façon à amener l'écart de phase à une valeur correspondant au point de repos du comparateur (en général $\pi/2$) **[AUV]**. Le système d'acquisition permet d'enregistrer la fréquence de fonctionnement de la boucle ainsi que la température de la solution, paramètre influant fortement sur la vitesse de phase.

Deux inconvénients majeurs sont à souligner cependant. Le premier est la limite maximale de concentration en volume mesurable: <10%. La deuxième est la forte sensibilité du système aux mouvements de la solution dans la cellule de mesure, mouvements introduisant des ruptures d'équilibre thermique provoquant des fluctuations importantes d'amplitude et de fréquence. Ce dernier inconvénient interdit l'utilisation de ce système pour une mesure de concentration en ligne.

II-3 Méthodes de traitement du signal

II-3-1 Introduction

L'évaluation de l'atténuation des ondes ultrasonores lors de leur propagation dans un milieu hétérogène pose des difficultés théoriques parfois insurmontables. Une alternative intéressante peut être trouvée par une approche basée sur le traitement du signal échographique rétrodiffusé, provenant du milieu à caractériser. Cette approche permet également de prendre en compte certaines composantes qui peuvent constituer des sources d'erreurs, telles que les imperfections des transducteurs acoustiques. De façon à lever toute confusion, il semble important de préciser les différents objectifs visés par le traitement du signal dans le domaine des ultrasons. Le premier objectif concerne l'amélioration des signaux recueillis par le système de mesure de façon à réduire les effets des imperfections diverses dues aux réponses des différents éléments, l'objectif final étant l'augmentation du rapport signal sur bruit. Le deuxième point est la transformation des signaux, éventuellement prétraités, de façon à mettre en évidence l'information recherchée (composantes fréquentielles, périodicités, etc...) sous une forme synthétique et utilisable en fonction des caractéristiques du milieu étudié (signature acoustique). Ensuite, la recherche d'un lien entre le modèle de traitement et le modèle physique d'interaction ultrasons-milieu, peut permettre l'estimation d'un paramètre caractéristique telle que l'atténuation, par exemple.

De façon très schématique, un milieu excité par un signal **x(t)** fournit une réponse **y(t)**. Ces deux signaux peuvent être reliés par une relation de convolution **[SAM92]** qui s'écrit:

$$y(t) = h(t)*x(t)$$

Où: **h(t)** est la réponse impulsionnelle caractéristique du système.

Tout le problème réside dans l'extraction par déconvolution de la fonction **h(t)**, connaissant **x(t)** et ayant mesuré **y(t)**.

II-3-2 Modèle de convolution d'un milieu diphasique

En s'inspirant de l'approche décrite précédemment, on peut modéliser le signal échographique reçu par un transducteur, après propagation dans une suspension, par une chaîne de convolution qui fait apparaître les différentes caractéristiques du milieu. A partir d'un modèle de diffuseurs discrets plongés dans un milieu matrice absorbant et pour un système travaillant en réflexion, le signal **s(t)** reçu par le transducteur s'écrit **[DEL87]**:

$$s(t) = \sum e(t)*T_e(t)*A(r_i,t)*u(r_i,t)*A(r_i,t)*T_r(t)$$

Où: **e(t)** est le signal d'excitation du transducteur.
$T_e(t)$, $T_r(t)$ sont respectivement, la réponse électroacoustique du transducteur en émission et en réception.
$A(r_i,t)$ est la fonction d'atténuation par absorption du milieu matrice.
$u(r_i,t)$ est la réponse impulsionnelle de diffusion.

Ces différentes caractéristiques sont résumées sur la figure I-12.

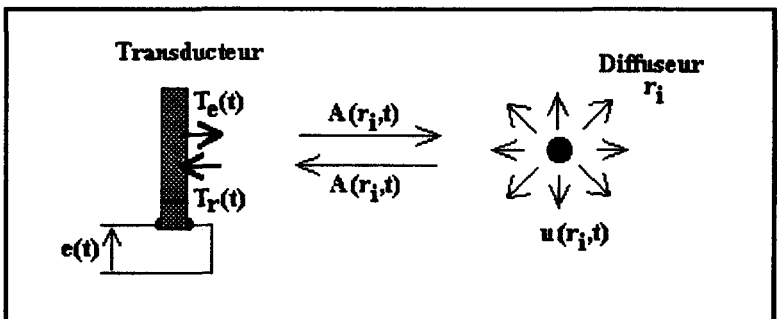


Figure I-12. Différentes grandeurs intervenant dans le modèle de convolution.

La sommation s'étend sur l'ensemble des diffuseurs repérés par leurs vecteurs position r_i par rapport au transducteur. Les produits de convolution n'étant pas simples à manipuler, on peut passer dans le domaine spectral en prenant la transformée de Fourier de **s(t)**. Les termes indépendants de la position, qui sont relatifs au signal d'excitation et à la réponse du transducteur, se mettent naturellement en facteur. D'autre part, on considère que les réponses électroacoustiques sont identiques en émission et en réception. Le spectre du signal reçu par le

capteur s'écrit alors:

$$S(f) = E(f).T^2(f). \sum A^2(r_i,f).U(r_i,f)$$

Dans la pratique, il est difficile, voire impossible, de séparer les effets de la diffusion et l'absorption sans faire d'approximations, lesquelles sont une source d'erreurs non négligeable. C'est pour cette raison que nous regroupons ces effets sous la forme d'une fonction de rétrodiffusion globale $R(r_i,f)$ caractéristique du milieu:

$$S(f) = E(f).T^2(f). \sum R(r_i,f) = K(f).G(f)$$

Avec $K(f) = E(f).T^2(f)$

$G(f) = \sum R(r_i,f)$

Le spectre du signal reçu apparait donc sous la forme d'un spectre invariant **K(f)** dépendant uniquement du système de mesure modulé par une fonction de filtrage **G(f)** caractéristique du milieu. La fonction **K(f)** peut être obtenue par l'emploi d'un réflecteur parfait.

II-3-3 Déconvolution par filtrage inverse [BIL89]

La manière la plus simple de réaliser l'opération de déconvolution est d'opérer sur la représentation spectrale des signaux. Compte tenu des expressions précédentes, la fonction de transfert du milieu peut s'obtenir par division spectrale. En l'absence de bruit, cette opération s'écrit simplement:

$$G(f) = S(f) / K(f)$$
$$\text{et} \quad K(f) \neq 0$$

Toutefois, des difficultés apparaissent pour les faibles valeurs de **K(f)**. En effet, un faible rapport signal à bruit sur le signal **K(f)** va engendrer des valeurs anormalement faibles de celui-ci conduisant à des valeurs divergentes de **G(f)**. On est alors obligé de recourir à une technique de seuillage qui conduit au spectre corrigé:

$$|K_c(f)| = |K(f)| \quad \text{pour} \quad |K(f)| > \gamma$$
$$|K_c(f)| = \gamma \quad \text{pour} \quad |K(f)| \leq \gamma$$

Où γ est un seuil choisi en fonction du niveau de bruit. On obtient alors, la fonction de transfert du milieu corrigée:

$$G_c(f) = S(f) / K_c(f)$$

La réponse impulsionnelle du milieu peut être obtenue par la transformée de Fourier inverse:

$$g(t) = \int_{-\infty}^{+\infty} G_c(f).\exp(j2\pi ft)\, df$$

La connaissance de $G_c(f)$ (ou $g(t)$) n'est pas suffisante. Ces fonctions contiennent une information qui peut ne pas être directement accessible pour diverses raisons. On est alors mené à utiliser des méthodes qui mettent en évidence certaines caractéristiques du signal. On peut, par exemple, chercher à extraire les périodicités cachées par autocorrélation du spectre. La recherche du premier pic important dans la fonction d'autocorrélation du spectre de puissance fourni la périodicité principale de ce spectre, ce qui peut donner des renseignements sur l'espacement moyen des diffuseurs ou des structures présentes dans le milieu. Cependant, si ces résultats sont exploitables pour une distribution de diffuseurs mono-taille, cette opération n'est plus valable lorsque la suspension est réalisée à partir de diffuseurs répartis suivant une distribution granulométrique large.

II-3-4 Déconvolution par filtrage homomorphique

Le filtrage homomorphique ou analyse cepstrale permet de séparer l'influence du signal d'émission et de la réponse du transducteur du signal de fluctuations caractéristique du milieu. Cette opération s'effectue en transformant le produit de convolution défini précédemment, en une somme de cepstres complexes.

Si l'on considère le spectre du signal reçu $S(f)$ comme étant la superposition d'un spectre lisse représenté par $K(f)$ et d'un spectre de fluctuations $G(f)$ dû au milieu, on peut, au niveau temporel, séparer ces deux informations en prenant le logarithme de $S(f)$ puis repasser au domaine temporel par transformation de Fourier inverse. Ces opérations sont résumées par:

$$s(t) = k(t)*g(t) \quad \Rightarrow \quad S(f) = K(f).G(f)$$

Ce qui conduit à:

$$\Rightarrow \quad Log_c[S(f)] = Log_c[K(f)] + Log_c[G(f)]$$

$$\Rightarrow \quad C_c[s(t)] = TF^{-1}[Log_c[S(f)]] = TF^{-1}[Log_c[K(f)]] + TF^{-1}[Log_c[G(f)]]$$

$$\Rightarrow \quad C_c[s(t)] = C_c[k(t)] + C_c[g(t)]$$

Où l'opération Log_c correspond au logarithme complexe.

Les composantes cepstrales correspondant à $K(f)$ seront regroupées autour de l'origine des temps alors que les composantes de $G(f)$ seront présentes aux temps élevés. Cette technique permet donc une séparation plus facile par filtrage temporel des caractéristiques du système de mesure et du milieu.

Différentes techniques de déconvolution ont été évaluées à partir de simulations du milieu hétérogène. L'approche classique dans la modélisation d'un tel milieu est le modèle unidimentionnel **[BIL89]** dans lequel on suppose que la réponse impulsionnelle du milieu peut

se mettre sous la forme d'une suite d'impulsions espacées aléatoirement suivant une loi de Gauss et d'amplitudes également aléatoires suivant une loi de Gauss. Si les simulations donnent des résultats encourageants, le peu de réalisme physique de ce modèle montre très vite ses limitations lorsque l'on cherche à le rapprocher de milieux réels et notamment de suspensions de diffuseurs en mouvement.

III- Conclusion

Nous venons d'examiner quelques méthodes de caractérisation de suspensions de diffuseurs dans un milieu matrice généralement fluide (ou gazeux). Le principe fondamental de ce type d'investigation consiste à exploiter l'interaction d'une radiation avec un ensemble de diffuseurs ou particules, sans individualisation particulière de l'un d'eux.

Les phénomènes de diffusion de la lumière sont relativement bien connus et leurs applications ont conduit à toute une gamme d'appareils qui ont fait leurs preuves dans le domaine industriel ou en laboratoire. Toutefois, ces méthodes souffrent de limitations majeures dues à leur principe même:

* l'opacité de la suspension due, soit au milieu matrice (cas des encres par exemple), soit à la concentration importante de particules (de fortes dilutions sont alors nécessaires).
* l'impossibilité d'obtenir une mesure de concentration absolue. Ces méthodes ne donnent accès qu'à la proportion relative de particules en fonction de leurs tailles (distribution granulométrique).
* les méthodes telles que la granulométrie Laser ne donnent pas la distribution granulométrique vraie mais une distribution granulométrique équivalente par rapport à des classes de tailles normalisées.

Les méthodes acoustiques sont basées, en général, sur l'estimation du coefficient d'atténuation d'une onde lors de sa propagation dans la suspension. L'interaction ultrasons-milieux est très complexe et encore mal comprise, ce qui justifie le fait que ces techniques n'aient pas encore quitté la phase d'expérimentation en laboratoire de recherche. Les divers mécanismes responsables de l'atténuation (absorption et diffusion) sont difficilement séparables. Des techniques de traitement du signal permettent de représenter et d'extraire des informations, relatives au milieu, de la structure complexe des signaux échographiques. Mais l'interprétation de ces informations en termes de modèle physique est très difficile et conduit souvent à des résultats divergeant de façon importante.

Dans la deuxième partie de ce chapitre, nous allons présenter des méthodes qui proposent une approche différente de caractérisation des suspensions en ce sens qu'elles s'attachent à extraire les caractéristiques de la suspension par l'examen des diffuseurs pris un à un.

2° Partie

Les méthodes unitaires.

Introduction

Par opposition aux techniques exposées dans la première partie de ce chapitre, nous allons maintenant développer, un ensemble de méthodes de comptage et de granulométrie dites unitaires de par le mode d'investigation du milieu qu'elles utilisent.

En effet, ces méthodes s'attachent à compter les particules une à une lors de leur passage dans une zone sensible ou zone de détection, physiquement délimitée ou non. A partir des signaux de détection, ces techniques pourront, sous certaines conditions, permettre l'accès à divers paramètres de la suspension soumise à l'analyse. Ces paramètres caractéristiques peuvent être la concentration de particules en solution, leur distribution granulométrique, leur mobilité, leur facteur de forme,....

Certaines de ces méthodes sont d'un emploi très général (obturation de lumière, Coulter,...) alors que d'autres ont été développées compte-tenu de propriétés particulières des suspensions (résonances de bulles, effets non-linéaires,...) en vue d'applications très spécifiques.

I- Méthodes optiques

I-1 Compteurs optiques à obturation de lumière

Nous allons examiner le principe physique du comptage optique à obturation de manière simplifiée. Cette démarche permettra de mettre en avant les difficultés rencontrées dans la réalité.

I-1-1 Principe [MARD]

Les deux principes les plus couramment utilisés sont les compteurs basés soit sur l'obturation de la lumière soit sur la diffusion de celle-ci ou encore d'une combinaison des deux. Dans les deux cas, le principe de base de la mesure est identique. Un faisceau lumineux traverse un volume d'analyse et frappe un photo-détecteur. Quand la cellule d'analyse est complétement vide de toute matière (fluide ou particules), la sortie du photo-détecteur est proportionnelle à l'intensité de la source lumineuse.

$$I_0 = K \eta H_e I_b A_d$$

Où: I_0 est le photocourant en sortie du détecteur.
I_b est le courant de polarisation.
H_e est le flux lumineux (W/cm^2).
A_d est la surface du détecteur.
η est le rendement quantique du détecteur pour une longueur d'onde moyenne.
K est une constante de proportionnalité.

Si le photo-détecteur est chargé par une résistance, la tension de sortie s'exprimera par:

$$E_0 = K'\eta H_e E_b A_d$$

Où: E_b est la tension de polarisation.

Cette tension de sortie est le niveau de base pour une configuration géométrique donnée et pour un flux lumineux incident donné. Pour des conditions opératoires fixées (flux lumineux et géométrie), la tension de sortie peut s'écrire:

$$E_0 = C\,E_b\,A_d$$

Où: C est une constante.

La tension en sortie du photo-détecteur est donc proportionnelle à la surface du détecteur, ce qui constitue le principe de base de ce type de compteur.
Si une particule est présente dans le volume d'analyse, la sortie va s'écrire:

$$E_p = C\,E_b\,(A_d - A_p)$$

Où: A_p est la surface apparente de la particule.

La sortie relative au niveau de base est proportionnelle à la surface relative d'obturation du faisceau et peut s'écrire:

$$E_p/E_0 = (A_d - A_p) / A_d$$

Les cas limites correspondent à:

* $E_p = E_0$ pour une cellule d'analyse vide.
* $E_p = 0$ pour un blocage complet de la cellule.

On trouvera sur la figure I-13, le principe schématique d'une tel système de comptage.

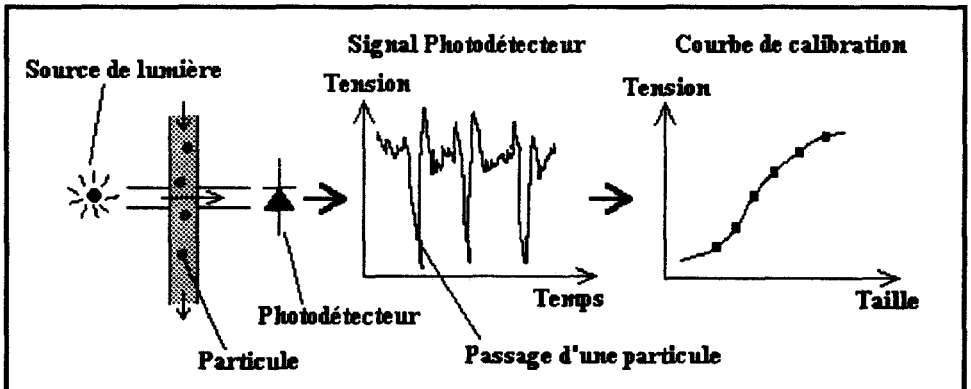


Figure I-13. Principe schématique d'un compteur optique à obturation de lumière.

I-1-2 Etude simplifiée

On suppose que les objets (particules) placés dans le faisceau de lumière collimatée sont de relativement grande taille. Cette hypothèse nous permet de négliger les effets de la diffraction sur

le flux lumineux arrivant sur le détecteur. Pour de petites particules la diffraction produit une ombre portée sur le détecteur qui ne correspond pas à l'ombre géométrique.

Le seul objet dont l'ombre portée peut être facilement, et de façon précise, convertie en taille est la sphère. Un tel objet produit également une figure de diffraction parfaitement connue dont les effets peuvent être compensés électroniquement. Il s'avère donc qu'une suspension de sphères de taille connue, constitue un milieu de calibration ideal. Malgré cela, un certain nombre de difficultés subsistent.

En tenant compte du temps de réponse du photo-détecteur, on constate que le système est sensible à la vitesse de passage des particules devant le détecteur (reliée au débit de la suspension) et à la cadence de passage de deux particules successives (reliée à la concentration). On représente sur la figure I-14, la réponse idéale du détecteur au passage d'une particule.

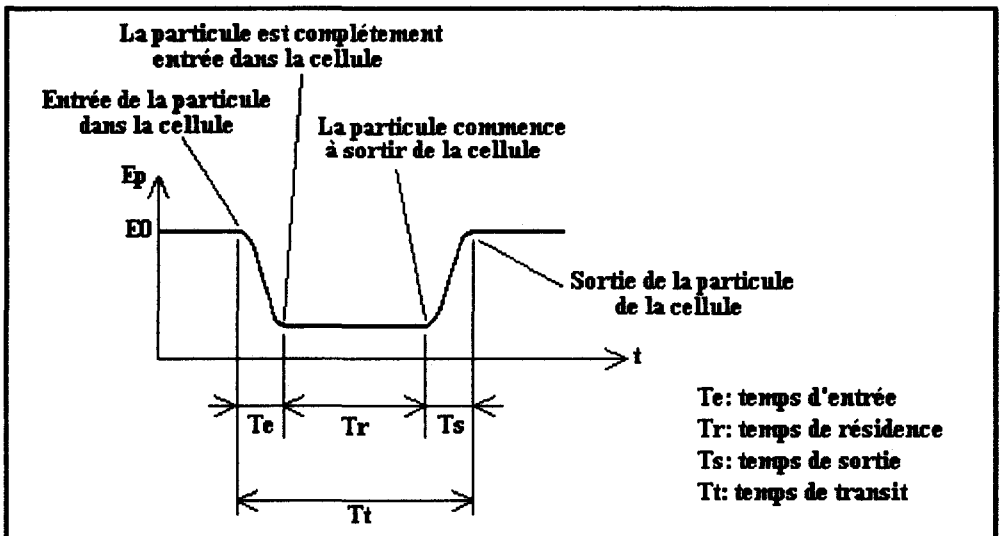


Figure I-14. Réponse idéale du détecteur au passage d'une particule.

On trouvera en annexe 1-1, les détails du calcul simplifié permettant de définir les performances de ce type de compteur.

Le calcul montre que la cadence de comptage maximale est définie par le rapport entre le débit de la suspension et le volume de la cellule d'analyse. En termes de réponse en fréquence du détecteur, la cadence maximale de comptage est définie par deux fois le temps de réponse T_{md}:

$$N_{max} = 1 / 2T_{md}$$

D'autre part, on montre également que la concentration limite acceptable en particules est conditionnée par le volume de la cellule d'analyse et elle vaut au maximum une particule par unité de ce volume:

$$C = 1 / L_a A_f$$

Où L_a est la longueur du volume d'analyse.
A_f est la section de l'écoulement.

I-1-3 Limitations

Nous avons examiné les possibilités de comptage, de granulométrie et de mesure de concentration dans le cas idéal de particules sphériques mono-dispersées. Dans les cas pratiques, il

n'est pas possible de vérifier les conditions évoquées précédement pour les raisons suivantes:

- suspensions non uniformes
- suspensions poly-disperses
- particules non sphériques

L'examen de quelques signaux réels en sortie du détecteur permet de se rendre compte de divers problèmes pouvant survenir lors du comptage de particules dans une suspension. La figure I-15 présente quatre cas typiques.

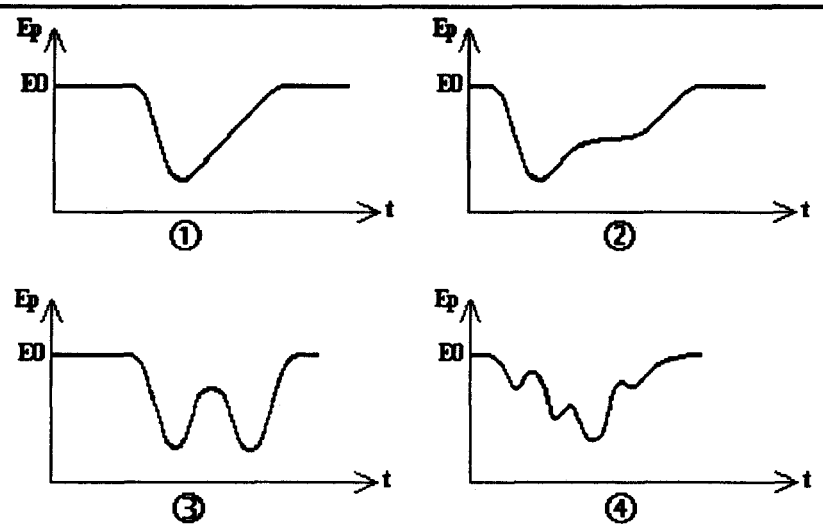


Figure I-15. Quatre signaux de détection possibles suivant les conditions fonctionnement du compteur optique.

Sur la figure I-15(1), on peut voir une impulsion qui présente une dissymétrie entre le temps de montée et le temps de descente. D'autre part, le temps de résidence n'est pas clairement défini. Les causes possibles peuvent être:

- la particule ne présente jamais une surface projetée constante sur le photo-détecteur.
- le temps de réponse $\mathbf{T_{md}}$ du photodétecteur est extrêmement lent.
- la vitesse de la particule $\mathbf{V_p}$ est trop importante.
- la dimension de la particule est du même ordre de grandeur que $\mathbf{L_a}$.

La figure I-15(2) montre un signal présentant deux zones plates. Ces deux zones représentent les positions de résidence où la particule reste relativement stable en orientation. Une détection par seuillage pourrait donner deux détections et une mesure du temps de résidence erronnée.

La figure I-15(3) montre le cas d'une suspension à la limite de la coïncidence. Ceci correspond au fait qu'une particule entre dans la cellule d'analyse avant que la particule précédente ne l'ait complètement quitté. Ici, par seuillage, les deux particules ne seront distinguées que si la distance entre celles-ci est suffisante pour que le pic central ait une amplitude supérieure au seuil.

Finalement, la figure I-15(4), montre la cellule de détection en complète erreur de coïncidence qui correspond, par exemple, au cas d'une agglomération de particules dans le détecteur.

Un autre point important est le rapport entre la résolution et la longueur d'onde de la lumière utilisée. En effet, une particule ne pourra être détectée que si sa plus petite dimension est supérieure à cette longueur d'onde. Si certrains systèmes fonctionnent en lumière blanche, on pourra utiliser, dans certains cas, une source monochromatique et des éléments sensibles (photo-détecteur et filtre) centrés sur la longueur d'onde centrale de cette source de façon à réduire les effets du bruit lumineux ambiant.

I-2 Techniques de microscopie

La technique de microscopie est une méthode de comptage et de granulométrie absolue basée sur l'observation individuelle des particules. Cette méthode est la seule qui permette une caractérisation précise de la taille et de la forme des particules.

La technique de microscopie la plus simple, mais la plus laborieuse, utilise un simple microscope optique sous l'objectif duquel est placée une cellule réticulée ou cellule Nageote contenant les particules à analyser. Le comptage se fait manuellement par l'opérateur. La concentration et la taille des particules peut être déduite à partir des dimensions de la cellule et des caractéristiques optiques du microscope supposées connues. On conçoit aisément les difficultés rencontrées lors de l'analyse par une telle méthode de suspensions où les particules sont en mouvement, ce qui est le cas des suspensions de cellules vivantes.

Une automatisation de cette technique est rendue possible grâce à l'adjonction d'une caméra vidéo et d'un système d'acquisition d'images. Les différents "clichés" numérisés sont ensuite traités par ordinateur. Des algorithmes très performants permettent de débruiter les images et d'extraire les contours des différents objets présents dans le champ de la caméra par des filtrages de type gradient ou par des opérateurs de morphologie mathématique. Par segmentation, les images peuvent, sous certaines conditions, être découpées en zones ne contenant qu'une particule. Le dénombrement d'objets peut alors se faire et chaque particule dans chaque zone peut ensuite être analysée en taille et forme par mesure de surface, filtrage directif ou reconnaissance de formes. Dans le cas de certaines suspensions, des techniques de fluorescence peuvent être mises à profit par adjonction de substances adéquates ou par l'emploi de rayonnements particuliers (IR, UV,...). L'image obtenue étant bidimensionnelle, l'estimation de taille peut être réalisée par rapport à des diamètres équivalents définis par les normes granulométriques (diamètres de Feret, Martin, surface projetée, etc...).

La taille minimale de particule accessible aux techniques de microscopie optique est conditionnée par la résolution de l'optique **[ALL-2]**:

$$\mathbf{d = k.\lambda / 2.O_n}$$

Où: **d** est la limite de résolution.
k est un facteur de limitation de la résolution par phénomène de diffraction (critère de Rayleigh): $\mathbf{k \cong 1,3}$.
λ est la longueur d'onde optique.
$\mathbf{O_n}$ est l'ouverture numérique de l'objectif.

Les systèmes couramment rencontrés autorisent l'examen de particules dans une gamme de taille de 0,8 à 150 µm environ.

Certains systèmes n'emploient pas le microscope optique mais plutôt un microscope électronique lorsque les gammes de tailles des particules à analyser descendent en dessous des 5 µm (1 nm à 5 µm).

II- Méthode électrique

II-1 Comptage et granulométrie par compteur Coulter [GRE65, GRO69]

II-1-1 Introduction

Conçue dans les années 50, cette méthode de comptage a été initialement appliquée au comptage des globules sanguins. Depuis, elle a fait l'objet d'un large développement et est utilisée pour l'analyse granulométrique d'une gamme étendue de matériaux **[ALL-P1]**.

II-1-2 Principe

Le principe de base consiste à détecter les changements de résistivité d'un fluide diélectrique dans un capillaire, dans lequel siège un champ électrique. Les fluctuations de résistivité sont dues au passage de particules mises en suspension dans le fluide, particules dont la résistivité est différente de celle du fluide porteur. La figure I-16 présente schématiquement le dispositif de comptage basé sur ce principe muni de son capteur.

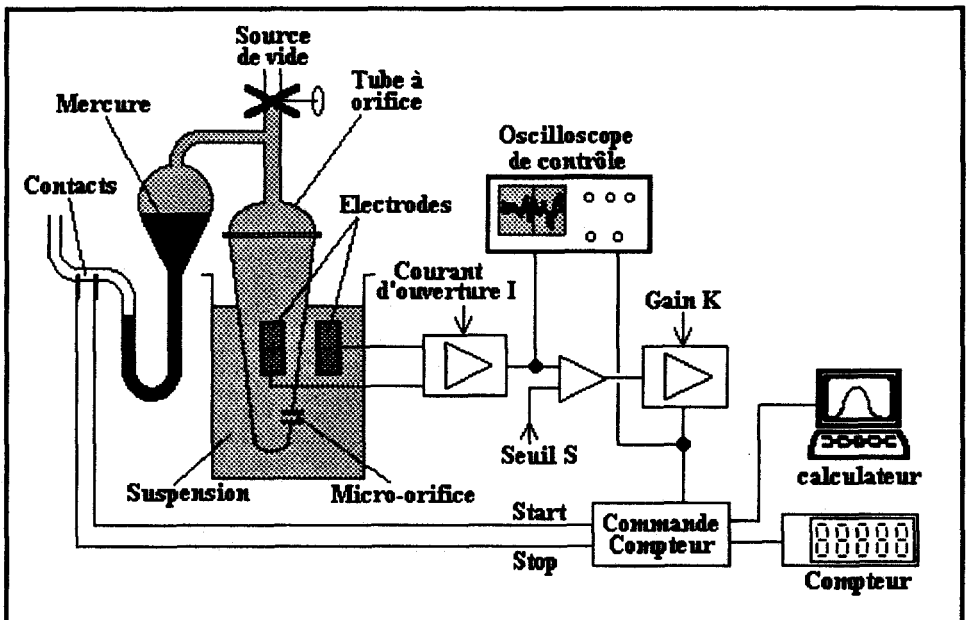


Figure I-16. Principe du compteur Coulter.

Le capteur ou tube à orifice est constitué d'un tube de verre pourvu, dans sa partie inférieure, d'un micro-orifice de dimensions calibrées. L'ensemble est plongé dans le liquide diélectrique où sont placées les particules à analyser. De part et d'autre de l'orifice, sont placées deux électrodes alimentées en courant continu. La combinaison d'une source de vide et d'une colonne de mercure permet le pompage d'un volume de solution parfaitement connu à travers l'orifice à débit constant.

La résistance vue des électrodes possède une valeur liée à la taille de l'orifice et à la conductibilité du fluide diélectrique. Lorsqu'une particule traverse cet orifice, elle déplace une quantité de fluide égale à son propre volume et entraine ainsi une variation de résistivité entre les deux électrodes. Cette variation est détectée sous la forme d'une impulsion électrique dont l'amplitude est proportionnelle au volume de la particule considérée **[HUR70]**. Les impulsions sont ensuite amplifiées, mesurées puis comptées. Si le diamètre de l'orifice est adapté à la granulométrie de la suspension à analyser, la représentativité statistique des comptages effectués est très élevée pour des solutions correctement diluées. En effet, dans le meilleur des cas, les particules traversent l'orifice une à une, et à des intervalles de temps supérieurs au temps de réponse global du compteur.

II-1-3 Mesure de la concentration et granulométrie

- mesure de concentration

La mesure du nombre de particules par unité de volume ou concentration en nombre repose sur un principe excessivement simple. Le comptage des particules traversant l'orifice n'est effectif que pendant le temps t_c que met la colonne de mercure pour passer du contact de départ (start) au contact d'arrêt (stop). Le volume V_c compris entre ces deux contacts étant parfaitement calibré et le temps t_c mesuré, le débit de solution est donc déterminé. Si le nombre de particules comptées pendant le temps t_c est N_c, la concentration en nombre sera donc:

$$C = N_c / V_c \quad (m^{-3})$$

- granulométrie

Une analyse théorique simplifiée montre que la variation de résistance ΔR entre les électrodes du tube à orifice, lorsqu'une particule le franchit, est **[ALL-2]**:

$$\Delta R = \frac{r_e V_p}{A_o^2} \frac{1 - \frac{r_e}{r_p}}{\left[1 - \left(1 - \frac{r_e}{r_p}\right)\frac{A_p}{A_o}\right]}$$

Où: A_p est la section de la particule.
A_o est la section de l'orifice.
r_e est la résistivité du diélectrique.
r_p est la résistivité de la particule.
V_p est le volume de la particule.

Dans le cas de particules isolantes, le rapport r_e / r_p peut être négligé et la relation devient:

$$\Delta R = \frac{r_e V_p}{A_o^2} \frac{1}{\left[1 - \frac{A_p}{A_o}\right]}$$

La mesure de la résistance R permet donc de calculer la distribution en volume des particules et, dans le cas de particules dont la forme est connue, de remonter aux paramètres géométriques de celles-ci.

A partir de la concentration et du volume des particules, il est possible de calculer d'autres quantités qui peuvent avoir un intérêt particulier à l'analyse effectuée:

- concentration en volume
- concentration en masse

Toutefois, du fait de la non uniformité du champ éléctrique dans l'orifice, la forme de l'impulsion électrique peut différer suivant la position de la particule dans celui-ci. Une solution adoptée par certains constructeurs consiste à confiner le flux de particules dans la zone centrale de l'orifice par focalisation hydrodynamique, ce qui limite, par la même occasion, les erreurs de coïncidence.

II-1-4 Calibration

La calibration a pour objectif de relier l'amplitude des impulsions au volume des particules analysées en fonction des différents paramètres de réglage du système, tels que le gain d'amplification, le courant d'ouverture et le seuil de détection.

Celle-ci s'effectue à l'aide d'une suspension étalon de particules, mono-disperse, de distribution granulométrique connue. Cette distribution doit être comprise dans la dynamique de taille du tube à orifice. Des études ont montré que cette dynamique était de l'ordre de 1,5 à 45% du diamètre de l'orifice. La concentration de la solution étalon est choisie suffisamment faible pour que les erreurs de coïncidence soient inférieures à quelques %.

III- Erreurs de coïncidence dans les compteurs de particules

Les compteurs de particules du type que nous avons présenté précédemment souffrent d'une source d'erreurs inhérente à leur principe: les erreurs de coïncidence.

En effet, dans le cas où la taille des particules est inférieure au volume de la cellule d'analyse et lorque la concentration de la solution à analyser est trop importante, plusieurs particules peuvent traverser simultanément la cellule de mesure tout en ne produisant qu'une détection. Il en résulte que le nombre de détections comptabilisées est inférieure au nombre effectif de particules qui ont traversé la cellule. Une bonne connaissance de ce phénomène permet d'envisager la correction du comptage mesuré afin de remonter à une image plus réaliste de la population de particules. Un calcul simplifié proposé Pisani et Thomson **[PIS71]**, permet de corriger le nombre effectivement compté **n** en fonction du nombre de particules **N** présentes dans le volume de l'échantillon V_e et du volume de la cellule d'analyse V_a:

$$n = N - N^2.V_a / V_e$$

Il faut noter que dans ce calcul approché, le temps de réponse du détecteur a été négligé devant le temps de passage d'une particule dans la cellule de mesure. Cette relation est souvent fournie avec les systèmes de comptage du commerce sous cette forme ou sous forme d'abaque. Dans les systèmes informatisés la correction se fait automatiquement par le calculateur couplé au compteur.

IV- Détection acoustique de particules - Application à la détection et à la granulométrie des particules gazeuses

IV-1 Position du problème

Nous illustrons ici, une méthode de comptage acoustique unitaire née d'une nécessité pratique fondamentale: la détection de bulles de gaz circulant dans les vaisceaux sanguins de plongeurs en décompression hyperbare (aérémie) **[MON75]**. L'objectif est donc la mise en oeuvre d'une méthode de détection non-invasive permettant d'assurer la sécurité des plongeurs se trouvant dans une telle situation.

La détection de particules gazeuses trouve également des applications intéressantes dans l'étude des processus de cavitation rencontrés en sonochimie ou lors de l'étude des interactions ultrasons-tissus.

IV-2 Principe de base

L'idée de base consiste à utiliser un système de vélocimétrie Doppler conventionnel à des fins de détection de particules **[MON75]**. En effet, en présence de bulles de gaz dans le sang, le signal

reçu par un système Doppler conventionnel est composé d'un signal de fond du à l'écoulement des globules rouges dans les vaisseaux auquel vient se superposer un signal dû au passage des bulles dont l'amplitude est plus importante du fait de la forte rupture d'impédance de celles-ci par rapport au sang. De plus, le spectre associé à une bulle est plus étroit et décalé vers des composantes fréquentielles plus élevées (figure I-17).

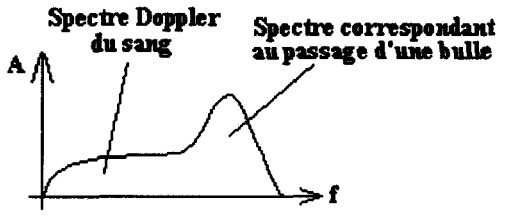


Figure I-17. Spectre du signal Doppler en présence de bulles de gaz.

Au vu de ces constatations, les premiers systèmes ont donc consisté en la modification d'un vélocimètre classique par l'adjonction d'un filtre passe-haut isolant le spectre du signal réfléchi par les bulles et procédé de seuillage permettant la détection (figure I-18).

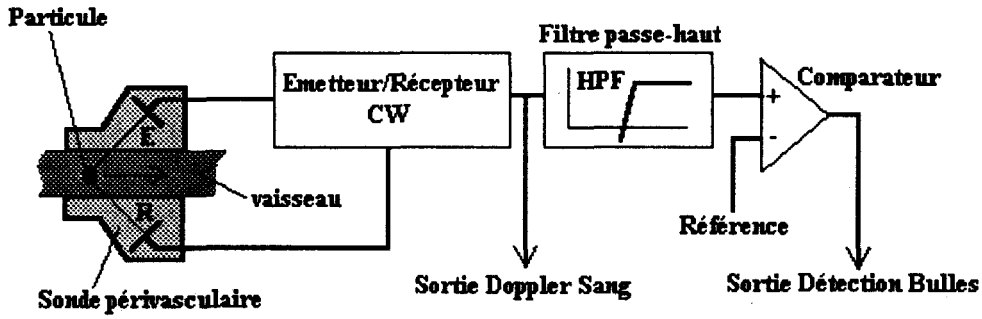


Figure I-18. Sytème de détection de bulles circulantes à sonde périvasculaire.

Si ce type de technique peut être utilisé en détection de particules, il ne peut toutefois pas être employé à des fins granulométriques du fait de l'impossibilité d'accéder à l'information de taille à partir du signal de détection. Dans le cas particulier du contrôle de l'aérémie, cette information est de première importance puisqu'elle caractérise l'éventuelle nocivité de la présence des bulles dans le sang ainsi que l'état des phases de décompression des plongeurs (calcul du volume gazeux transporté). Dans certaines applications, telles que la détection de bulles de cavitation emprisonnées dans les tissus, donc immobiles, l'utilisation d'un système Doppler modifié tel que nous l'avons présenté, n'est évidemment pas possible.

Une information sur la granulométrie peut toutefois être obtenue en utilisant les propriétés résonantes des particules de gaz. En effet, de nombreux travaux **[DEV59,NIS72, MED77-1, MED77-2]** ont montré que la diffusion et l'absorption de l'énergie acoustique, liées aux propriétés élastiques du gaz, confèrent à la bulle d'excellentes facultés diffusantes décrites par la section efficace de diffusion, fonction du rayon de la bulle. A titre d'illustration, la figure I-19 montre la section efficace de diffusion d'une bulle de gaz relative à sa section géométrique par rapport à celle d'une sphère rigide en fonction du paramètre **ka** (où **a** est le rayon de la particule et **k** le nombre d'onde dans le fluide porteur).

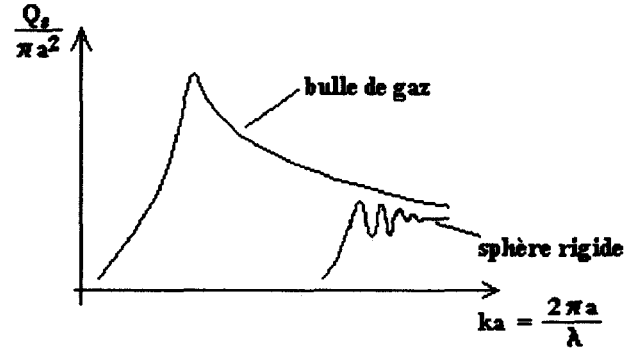


Figure I-19. Comparaison de la section efficace de diffusion d'une bulle de gaz et d'une sphère rigide.

Malgrè ces propriétés de résonance intéressantes, la technique granulométrique utilisant ce procédé ne permet pas la distinction entre les petits diffuseurs se trouvant en situation de résonance et les diffuseurs de tailles importantes. Pour cette raison, d'autres auteurs **[LAU76, MIL81, LEI91]** se sont penchés sur les effets de résonance non-linéaire permettant la discrimination sans ambiguité des petites bulles en résonance et des plus gros diffuseurs. L'utilisation conjointe d'une excitation des particules gazeuses à l'aide de fréquences proches des fréquences de résonance et d'une technique de détection adéquate doit permettre de déboucher sur des appareils de détection et granulométrie in-vivo des bulles circulantes **[NEW84, CHA88]**.

V- Conclusion

Dans cette deuxième partie du chapitre 1, nous avons décrit quelques méthodes de comptage et de granulométrie que nous avons qualifié d'unitaires. En effet, contrairement aux méthodes d'investigation globales, elles s'attachent à dénombrer de façon individuelle les particules circulant dans une zone d'analyse. Pour la plupart des méthodes optiques (obturation de lumière) ou électriques (Coulter), le nombre de détections par unité de temps, lorsqu'un volume connu de suspension circule à débit constant dans cette zone, donne directement la concentration en nombre de particules du milieu. Une analyse plus fine de la morphologie des impulsions fournit des informations complémentaires sur la taille des particules ou sur des situations de coïncidence ou d'agglomération (contrôle d'homogénéité).

Nous avons également présenté le cas du comptage optique basé sur la microscopie qui, dotée d'outils de traitement et d'interprétation d'image, est la seule technique permettant d'accéder aux paramètres de forme des particules. Toutefois, cette technique particulière est d'une mise en oeuvre relativement lourde, ce qui interdit son utilisation en ligne de production.

Si toutes ces méthodes utilisent les caractéristiques géométriques des particules (surface projetée en général), nous avons également vu, dans le cadre des techniques utilisant les ondes acoustiques, qu'il était intéressant de mettre à profit certaines propriétés physiques et notamment celles de résonance dans le cas particulier de la détection de bulles de gaz dans un fluide (décompression hyperbare, cavitation, etc...).

Toutes ces techniques souffrent malgré tout, d'un certain nombre de limitations. Comme nous l'avons déjà mentionné, les systèmes optiques sont limités par l'opacité de la suspension (opacité du milieu matrice, concentration en particules trop élevée,...). La concentration maximale acceptable est également conditionnée par les problèmes de coïncidence. D'autre part, les méthodes électriques de type Coulter nécessitent l'emploi d'un électrolyte qui s'avère nocif dans le cas d'examen de suspensions de cellules vivantes. Cette méthode ne permet donc pas de suivre directement la cinétique d'une population cellulaire sans fractionnements qui alourdissent les opérations.

Le système de comptage acoustique que nous nous proposons d'évaluer dans ce travail doit permettre de résoudre une partie des difficultés. La technique mise en oeuvre doit permettre de compter les particules en suspension pour des milieux qui peuvent être optiquement opaques et avec un immunité parfaite vis-à-vis des milieux biologiques. La technique de comptage unitaire a été adoptée sans qu'il soit nécessaire de réaliser une canalisation de la suspension dans un orifice calibré. L'idée fondamentale consiste à utiliser un capteur ultrasonore générant un faisceau d'ondes élastiques focalisées dans le milieu à étudier. Comme le montre la figure I-21, ce capteur est constitué d'un transducteur piézoélectrique qui produit un faisceau d'ondes planes dans une ligne de propagation cylindrique, à l'extrémité de laquelle est taillé un dioptre sphérique réalisant la fonction de focalisation.

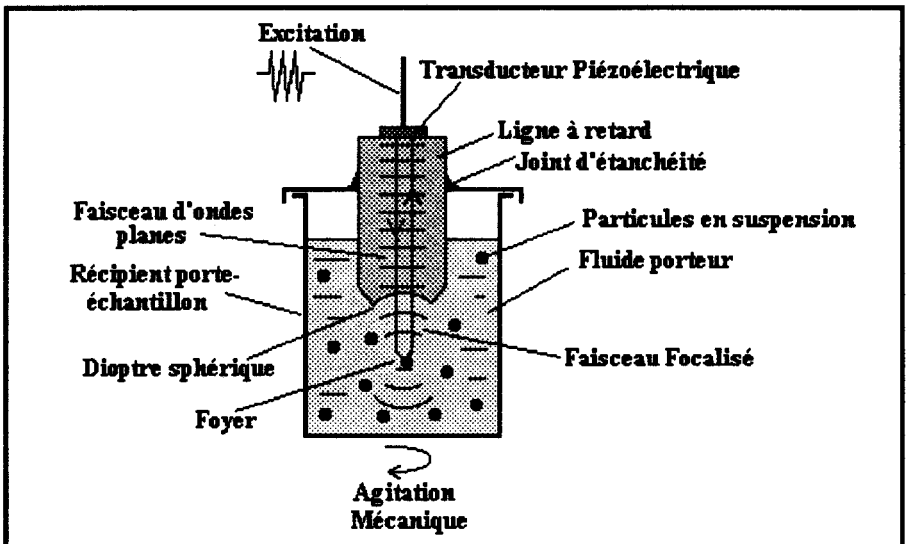


Figure I-21. Principe fondamental du comptage ultrasonore de particules.

Le capteur est excité en impulsions. Le principe du comptage proposé consiste à détecter les impulsions ultrasonores réfléchies par les particules passant au foyer du capteur et à comptabiliser ces impulsions pendant un intervalle de temps donné. De par l'utilisation d'ondes ultrasonores hautes fréquences focalisées, il est nécessaire d'avoir une connaissance approfondie des performances des capteurs utilisés, tant sur le point fondamental qu'expérimental. Il nous a donc semblé important d'examiner l'ensemble des outils d'analyse de ces champs. Nous nous proposons donc, dans le deuxième chapitre, de présenter de façon comparative les différentes méthodes d'investigation théoriques et expérimentales des champs acoustiques.

Chapitre 1

Bibliographie

[ALL-P1] T. Allen
"Etude de structure - Granulométrie".
Techniques de l'ingénieur, P1, P1040.

[ALL-2] T. Allen
"Particle size measurement".
Powder technology series, Chapman and Hall, Fourth edition, 1990.

[ALL72] J.R. Allegra, S.A. Hawley
"Attenuation of sound in suspensions and emulsions. Theory and experiments".
JASA, vol. 51, n° 5, p1545-1564, 1972.

[ARZ79] P. Arzelies
"Propagation des ondes dans un milieu peuplé de diffuseurs isotropes - Nuages de bulles".
Revue CETHEDEC, 16° année, 3° trimestre, N° 60, 1979.

[AUV] J. Auvray
"Electronique des signaux analogiques".
Dunod Université.

[BERT] M. Bertin, J. Renault
"Exercices de thermodynamique".
Dunod Université.

[BIL89] N.M. Bilgutay, X. Li, J. Saniie
"Spectral analysis of randomly distributed scatterers for ultrasonic grain size estimation".
Ultrasonics, vol. 27, p19-25, 1989.

[CHA88] J.Y. Chapelon, V.L. Newhouse, D. Cathignol, P.M. Shankar
"Bubble detection and sizing with a double frequency Doppler system".
Ultrasonics, vol. 26, p148-154, 1988.

[CLE90] D.J. McClements, M.J.W. Povey, M. Jury, E. Betsanis
"Ultrasonic characterization of food emulsion".
Ultrasonics, vol 28, p266-272, 1990.

[CLE91] D.J. McClements
"Ultrasonic characterization of emulsions".
Ultrasonics International Conference Proceedings, p103-106, 1991.

[COR-E4] J. Cornillault
"Mesures par LASERS".
Techniques de l'ingénieur, E4, E2735.

[COR72] J. Cornillault
"Particle size analyser".
Applied Optics, vol. 11, N° 2, p265-268, 1972.

[DEL87] C. Delebarre
"Caractérisation des milieux hétérogènes par traitement du signal ultrasonore rétrodiffusé".
Thèse 3° cycle, Université de Valenciennes, 1987.

[DEV59] C. Devin Jr.
"Survey of thermal, radiation and viscous damping of pulsating air bubbles in water".
JASA, vol. 31, n° 12, p1654-1667, 1959.

[DIO88] J.L. Dion, A. Barwicz, J. Bouchard
"Practical ultrasonic spectrometric measurement of solution concentrations by a tracking technique".
Ultrasonic Symposium, p529-532, 1988.

[DIO90] J.L. Dion, A. Barwicz
"Practical ultrasonic spectrometric measurement of solution concentrations by a tracking technique".
IEEE Trans. Ultrason. Ferro. Freq. Control, vol. 37, n° 2, p190-195, 1990.

[GAZ84] C. Gazanhes, P. Arzelies, J. Léandre
"Propagation acoustique dans un milieu diphasique eau-bulles d'air
Application à la caractérisation d'un milieu diphasique par voie acoustique".
Acustica, vol 55, p113-122, 1984.

[GIR] M. Girard
"Boucles à verrouillage de phase".
Mac Graw Hill, Collection électronique analogique, 1988.

[GOO] J.W. Goodman
"Introduction à l'optique de Fourier et à l'holographie".
Masson.

[GRE65] E.C. Gregg, K.D. Steidley
"Electrical counting and sizing of mammalian cells in suspensions".
Biophysical Journal, vol. 5, p393-405, 1965.

[GRO69] N.B. Grover, J. Naaman, S. Ben Sasson, F. Doljanski
"Electrical sizing of particles in suspensions".
Biophysical Journal, vol. 9, p1415-1425, 1969.

[HUR70] J. Hurley
"Sizing particles with a Coulter counter".
Biophysical Journal, vol. 10, p74-79, 1970.

[JON84] J.P. Jones, S. Leeman
"La caractérisation des tissus par ultrasons".
Acta Electronica, n° 26, p3-31, 1984.

[LAU76] W. Lauterborn
"Numerical investigation of non-linear oscillations of gaz bubbles in liquids".
JASA, vol. 51, n° 8, p1049-1058, 1980.

[LAV85] B. Lavenda
"Le mouvement Brownien".
Pour la science, n° 90, p66-75, 1985.

[LEI91] T.G. Leighton, R.J. Lingard, A.J. Walton, J.E. Field
"Acoustic bubbles sizing by combination of subharmonic emissions with imaging frequency".
Ultrasonics, vol. 29, p319-323, 1991.

[MAR] B. Marais
"Exercices d'optique de Fourier".
Dunod.

[MARD] P. Mardosa
"Particle counter physics".

[MED77-1] H. Medwin
"Counting bubbles acoustically: a review".
Ultrasonics, p7-13, 1977.

[MED77-2] H. Medwin
"Acoustical determination of bubble-size spectra".
JASA, vol. 62, n° 4, p1041-1044, 1977.

[MIL81] D.L. Miller
"Ultrasonic detection of resonant cavitation bubbles in a flow tube by their second harmonic emissions".
Ultrasonics, vol. 19, p217-224, 1981.

[MIL90] C.A. Miles, D. Shore, K.R. Langley
"Attenuation of ultrasound in milks and creams".
Ultrasonics, vol. 28, p394-399, 1990.

[MON75] J.L. Monjaret, R. Guillerm, G. Masurel
"Détecteur ultrasonore à effet Doppler de bulles circulantes dans les vaisseaux sanguins".
Mesure physico-chimique des gaz et des liquides biologiques.
BIOCAP 75, Colloque international sur les capteurs biomédicaux, p93-98, 1975.

[MOU-R2] A. Moutet, J. Crabol, L. Nadaud
"Température des gaz et des flammes".
Techniques de l'ingénieur, R2, R2751.

[NEW84] V.L. Newhouse, P.M. Shankar
"Bubble size measurements using the non-linear mixing of two frequencies".
JASA, vol. 75, n° 5, p1473-1477, 1984.

[NIS72] N.Y. Nishi
"Ultrasonic detection of bubbles with Doppler flow transducers".
Ultrasonics, vol. 10, p177-179, 1972.

[PER] J. Ph. Perez
"Optique géométrique, matricielle et ondulatoire".
Masson.

[PER84] J.M. Perdigao
"Optimisation du contrôle par ultrasons des milieux hétérogènes".
Thèse 3° cycle, Univertité de Valenciennes, 1984.

[PIS71] J.F. Pisani, G.H. Thomson
"Coïncidence errors in automatic particle counters".
Journal of physics E: Scientific Instruments, vol. 4, p359-361, 1971.

[ROS88] J.L. Rose, P. Karpur, V.L. Newhouse
"Utility of split spectrum processing in ultrasonic nondestructive evaluation".
Materials Evaluation, n° 46, p114-121, 1988.

[SAM92] Sam-Kit Sin, Chi-Hau Chen
"A comparison of deconvolution techniques for the ultrasonic non-destructive evaluation of materials".
IEEE Trans. on image processing, vol. 1, n° 1, p3-10, 1992.

[SCH90] A. Schroder
"Ultrasonic attenuation in suspensions and emulsions".
Colloque de physique C2, supp. au N° 2, tome 51, p9-12, 1990.

[STE84] P. Stepanek, C. Konak
"Quasielastic light scattering from polymers, colloids and gels".
Advances in Colloid and Interface Science, vol. 21, n° 3-4, p195-274, 1984.

CHAPITRE II

Etude théorique et expérimentale des champs acoustiques focalisés

- Chapitre 2 -

Etude théorique et expérimentale des champs acoustiques focalisés

Introduction

Les gammes de tailles d'objets que nous nous proposons de détecter par voie acoustique nécessitent l'utilisation de capteurs possédant une importante résolution spatiale. La résolution spatiale demandée oriente notre choix vers des capteurs focalisés qui permettent une telle résolution, de l'ordre de la longueur d'onde acoustique dans le fluide porteur. Compte tenu de la longueur d'onde nécessaire, les fréquences de travail doivent être élevées. Par exemple, la détection de globules rouges (**7 µm**) impose l'utilisation d'une fréquence ultrasonore de l'ordre de **200 Mhz** (λ = **7.5 µm** dans l'eau). Ces fréquences de travail imposent le choix du type de moyen de focalisation qui, dans ce cas, est un dioptre sphérique taillé dans un barreau de corindon constituant la ligne de propagation. L'emploi du corindon permet, du fait de son indice acoustique élevé, l'utilisation de lentilles de grande ouverture sans aberrations significatives. Le capteur ultrasonore est un des éléments déterminants du système en ce sens qu'il constitue, par définition même, l'interface de conversion entre le milieu à explorer et le système de mesure. Les caractéristiques du compteur de particules sont grandement liées à celles du capteur. Il est donc indispensable d'évaluer tant ses performances que ses limitations. Nous nous proposons de présenter dans ce chapitre diverses méthodes théoriques et expérimentales de caractérisation des capteurs ultrasonores focalisés haute-fréquence.

Afin d'étudier le champ produit par le capteur focalisé, nous examinerons dans un premier temps, le champ produit par un piston circulaire. Cette étude sera faite à partir du calcul numérique de l'intégrale de Rayleigh-Sommerfeld, qui permettra d'établir une cartographie complète du champ de pression. Dans un deuxième temps, à partir de la répartition de pression sur le dioptre calculée par l'analyse précédente, nous évaluerons le champ rayonné dans le milieu de propagation par la lentille en faisant intervenir le coefficient de transmission en amplitude au passage de celle-ci. Nous avons également utilisé l'intégrale de Rayleigh-Sommerfeld. Toutefois, nous avons mis en évidence la limitation principale de cette méthode: le temps de calcul. C'est pour cette raison que nous nous sommes orientés vers une autre méthode d'analyse basée sur la décomposition en ondes planes. Nous présentons deux types de formulation permettant d'accéder à cette décomposition: le calcul du champ acoustique à l'infini et la transformation de Hankel. Cette dernière a l'avantage de ramener le problème à une forme mono-dimensionnelle sans approximation cylindrique.

Après ces considérations d'ordre théorique, nous examinerons différentes techniques d'investigations expérimentales des champs acoustiques ainsi que nos propres résultats. Notons que dans les calculs qui vont suivre, nous considèrerons le cas de champs en régime harmonique dont les termes de dépendance du temps $e^{j\omega t}$ seront volontairement omis puisque les intégrations sont effectuées par rapport aux variables d'espace. Le régime impulsionnel ne sera pas abordé vu la lourdeur de équations mises en jeux. Toutefois, le régime harmonique peu constituer en une bonne approximation de celui-ci sachant qu'il conduit à une surestimation des lobbes secondaires.

I- Etude théorique des champs acoustiques focalisés

I-1 Objectif de l'étude

L'objectif de cette étude préliminaire est de modéliser le champ de pression acoustique issu du transducteur dans un plan d'observation où est placé l'objet que l'on cherche à étudier ou à détecter. Sur le parcours de l'onde acoustique se trouve un ensemble de structures qui vont perturber de façon volontaire ou non le champ acoustique et qui vont, soit lui conférer des propriétés particulières, soit dégrader certaines de ses caractéristiques. Dans le cas de notre système focalisant, ces structures seront successivement: la ligne de propagation que l'on nommera également ligne à retard dans la suite de cet exposé, le dioptre sphérique, le milieu de propagation et l'objet observé (figure II-1).

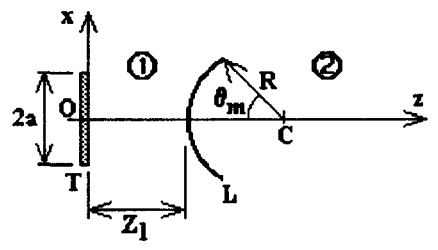


Figure II-1. Modélisation d'un système focalisé.

Un transducteur circulaire **T**, de rayon **a**, vibre en mode piston et produit un champ de pression dans un milieu homogène et isotrope **1** faisant office de ligne à retard. Un dioptre sphérique de rayon de courbure **R** et d'ouverture θ_m est placé dans ce champ à la distance Z_1. Ce dioptre rayonne l'énergie interceptée dans le milieu de propagation **2**, lui aussi homogène et isotrope. Le calcul se décompose en deux étapes.

Dans le premier paragraphe, nous nous attacherons à caratériser la géométrie d'un faisceau acoustique produit par un transducteur circulaire travaillant en mode piston (répartition uniforme de pression sur sa surface). Nous mettrons en évidence, par simulation, les zones de champs proche (zone de Fresnel) et lointain (zone de Fraunhofer). Dans tous les calculs, nous n'avons pas tenu compte des atténuations dans les différents milieux. Cette approximation est tout à fait valide pour le matériau constituant la ligne à retard (corindon): **3.2 dB/cm** à **2,84 GHz** pour les ondes longitudinales **[SHA64]**. Pour le milieu situé derrière la lentille (eau), l'atténuation est estimée à **220 dB/mm/GHz²**, ce qui donne **9 dB/mm** à **200 MHz**. Pour une distance focale de **0.5mm**, l'atténuation est de **4,5 dB**. En première approche, nous négligerons l'influence de cette atténuation qui a pour effet de pondérer l'amplitude des lobes situés derrière le plan focal.

Dans le deuxième paragraphe, nous aborderons l'étude des champs acoustiques focalisés à partir des résultats obtenus pour le piston.

I-2 Champ acoustique d'un piston circulaire - Approche par le calcul de l'intégrale de Rayleigh-Sommerfeld

I-2-1 Formulation du problème

Historiquement, cette intégrale n'est autre que la formulation mathématique par Rayleigh et Sommerfeld du principe empirique de Huygens-Fresnel. Cette intégrale exprime le fait que le champ vibratoire produit par une surface source **S**, en un point **P** de l'espace, est égal à la somme

des champs émis par des sources secondaires d'ondes sphériques, situées sur la surface émétrice **S** **[PER]** (voir la figure II-2).

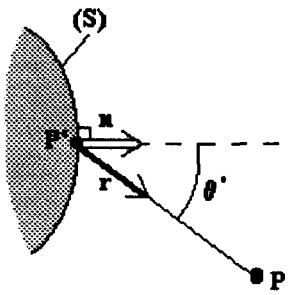


Figure II-2. Illustration du principe de Huygens-Fresnel.

On caractérise le champ par le potentiel scalaire de vitesse **Γ(P)** défini en un point **P** comme suit:

$$\mathbf{U(P) = grad[\ \Gamma(P)\ ]}$$

Où **U(P)** est la vitesse de déplacement de la matière en un point **P**.

Compte tenu du principe évoqué ci-dessus, le champ de potentiel scalaire **Γ(P)** en un point d'observation **P** s'exprime à partir des champs sphériques émis par des points **P'** appartenant à la surface **S**, à partir d'une distance de quelques longueurs d'onde de **S**, par:

$$\Gamma(P) = \frac{1}{2\pi}\iint_S U(P')\,Q(\theta')\,\frac{\exp(ikr)}{r}\,dS$$

Où **U(P')** est la vitesse de déplacement de la matière en un point **P'** de la surface source **S**.
Q(θ') est un facteur de directivité qui dépend des conditions dans laquelle la source se trouve **[DEL79]**:

- **Q(θ') = (1+cos(θ'))/2** pour une source en espace libre (Kirchhoff).
- **Q(θ') = cos(θ')** pour une source dans un demi-espace limité par une paroi molle (Sommerfeld).
- **Q(θ') = 1** pour une source dans un demi-espace limité par une paroi rigide (Rayleigh).

En fait, cette expression n'est valable que pour des points d'observation **P** situés à quelques longueurs d'onde de la surface source. En deçà de cette limite, un calcul plus rigoureux doit être mené à partir des résultats de Kirchhoff. De plus, on suppose que la source est infiniment rigide et que l'on peut négliger l'influence réciproque du champ rayonné et de la structure interne de la source **[DEL79]**.

Dans un premier temps, nous avons repris les travaux de simulation de Zemanek **[ZEM70]** afin de construire le champ produit par un transducteur circulaire dont chaque point vibre en phase et de façon harmonique. La figure II-3 montre la géométrie adoptée pour le calcul.

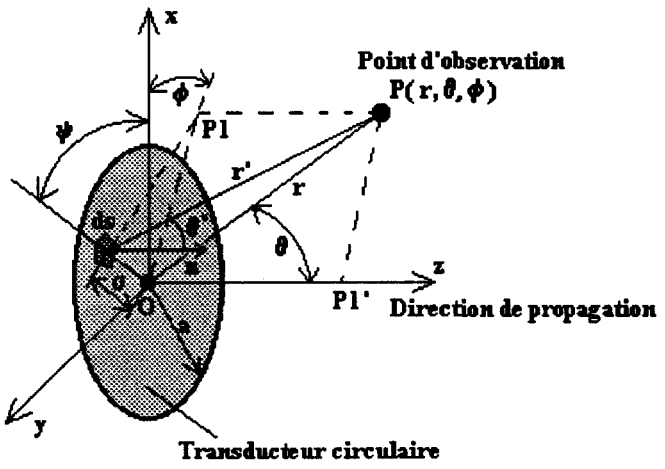


Figure II-3. Géométrie adoptée pour le calcul numérique du champ acoustique.

Nous avons travaillé en pression acoustique à partir de la relation bien connue:

$$p(P,t) = \rho.\partial\Gamma(P,t)/\partial t$$

Où ρ est la masse volumique du milieu de propagation.

Pour une excitation harmonique:

$$\Gamma(P,t) = \Gamma(P).e^{i\omega t}$$

Ce qui permet d'exprimer la pression au point **P** par:

$$p(P,t) = i\rho ck.\Gamma(P,t)$$

Le problème étant à symétrie de révolution autour de l'axe de propagation **Oz**, le calcul de la pression ne sera mené que dans le plan **(Oxz)**. On considèrera donc dans le calcul que $\phi=0$. La pression en un point d'observation **P(x,z)** est donnée par la somme des contributions de chaque élément de surface **dS** siège d'une vitesse U_0 constante pour tout élément **[ZEM70]**. Nous nous limiterons au cas d'un piston rayonnant dans les conditions de Sommerfeld (paroi molle - $Q(\theta')=\cos(\theta')$) qui correspond à notre situation expérimentale (transducteur collé sur un barreau

de corindon). En omettant la dépendance temporelle en $e^{i\omega t}$ de la pression et du potentiel, on obtient:

$$p(x,z) = i\frac{\rho ck}{2\pi}U_0\int_0^a\int_0^{2\pi}\frac{\exp(ikr')}{r'}\cos(\theta')\,\sigma\,d\sigma\,d\psi$$

$$\text{avec} \qquad r' = [\,\sigma^2 + r^2 - 2r\sigma\sin\theta\cos\psi\,]^{1/2}$$

$$\text{et} \qquad \cos(\theta') = \frac{\vec{r'}.\vec{n}}{|\vec{r'}|.|\vec{n}|} = \frac{r.\cos(\theta)}{r'}$$

Il n'est pas possible, dans le cas général, de calculer analytiquement cette intégrale. Les seuls calculs abordables peuvent être menés sur l'axe **(Oz)** pour un piston rayonnant dans les conditions de Rayleigh (paroi rigide - $Q(\theta')=1$) ainsi qu'autour de cet axe dans le champ lointain pour **z** très grand. L'obtention d'une carte complète du champ passe nécessairement par l'évaluation numérique de cette intégrale.

La discrétisation du problème ne pose pas de difficultés majeures si l'on prend garde de respecter le théorème de Whittaker-Shannon (théorème d'échantillonnage bidimensionnel) **[GOO, KUN]** pour le découpage de la surface du transducteur. Les auteurs **[ZEM70]** ont montré expérimentalement qu'en discrétisant le rayon du transducteur en élements $\Delta\sigma = \lambda/4$ et l'angle de révolution en angles élémentaires $\Delta\psi = \lambda/4a$, les conditions d'échantillonnage correct sont satisfaites et assurent un découpage de la surface du transducteur en $32\pi(a/\lambda)^2$ élements de surface **dS**. Nous avons verifié ce critère pour diverses conditions d'échantillonnage $\Delta\sigma = \lambda/\zeta$ pour ζ=**(1-2-4-8-16)**. Les résultats montrent clairement qu'il n'y a pas de changement significatif pour $\zeta \geq 4$. Le calcul est réalisé en variables réduites (X_r,Z_r) normalisées par rapport à a^2/λ, ce qui conduit au problème discret:

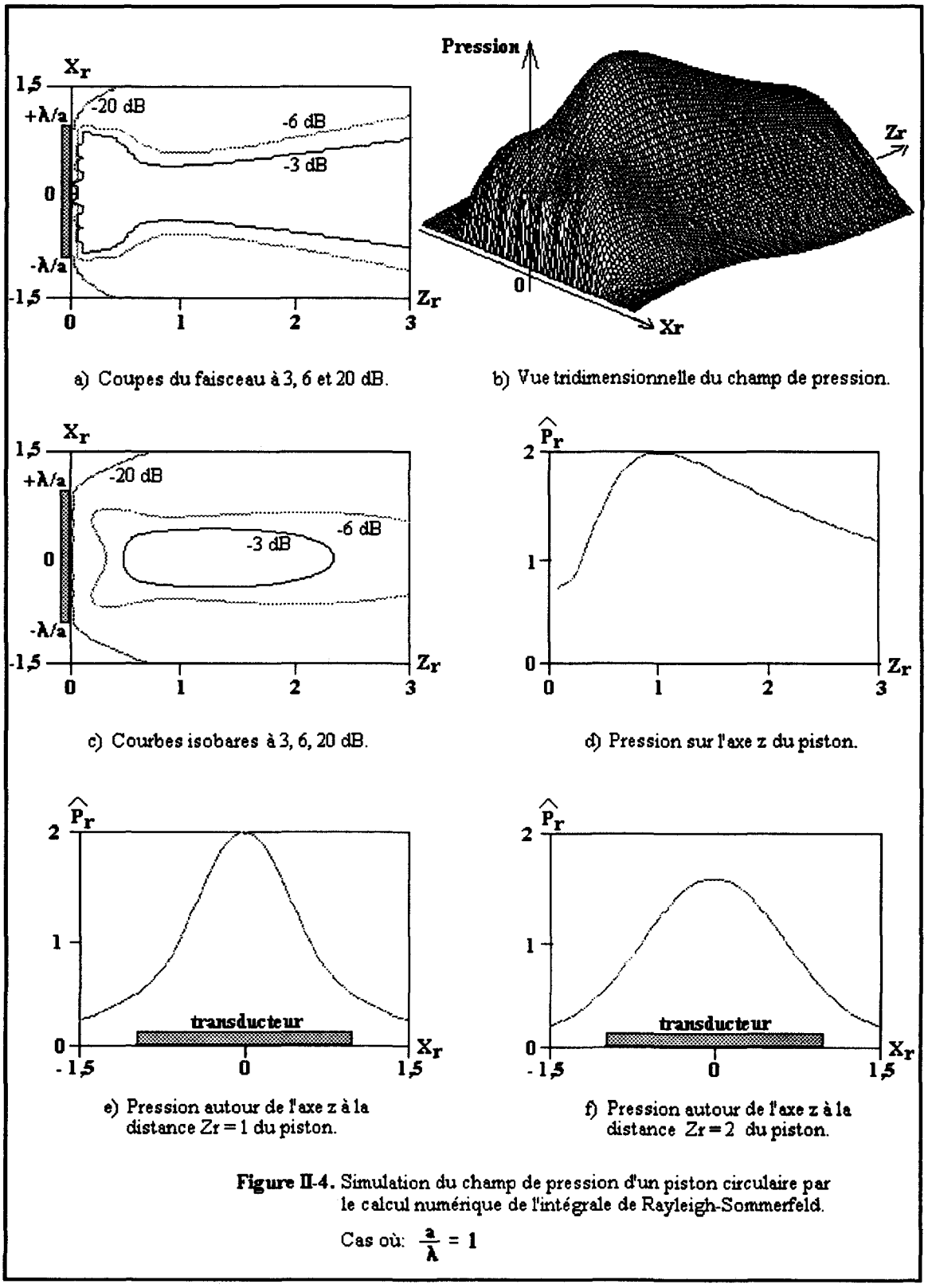
$$\widehat{P}(Xr,Zr) \approx \sum_{p=1}^{m}\sum_{q=1}^{n}\frac{\Delta Sq}{Rpq}\exp\left[j2\pi\left[\frac{a}{\lambda}\right]^2 Rpq\right]\frac{R.\cos(\theta)}{Rpq}$$

Où ΔS_q est l'élément de surface numérique sur lequel porte l'intégration.
R_{pq} est la distance de l'élément de surface source ΔS_q au point d'observation.

On se reportera à l'annexe 2-1 pour les détails du calcul.

I-2-2 Simulations numériques

Des simulations ont été réalisées pour diverses valeurs du paramètres **a/λ (1, 2.5, 5 et 10)** et pour un maillage du plan d'observation **(0xz)** de 50*100 noeuds. Les courbes présentées sont de cinq types: coupes du faisceau à **-3dB, -6dB et -20dB** par rapport à la pression maximale dans chaque plan Z_r (a) qui permet une visualisation de la divergence du faisceau, visualisation 3D de la carte de pression (b), courbes isobares à **-3dB, -6dB et -20dB** par rapport au maximum de pression dans tout le plan d'observation (c), pression sur l'axe de propagation (d), pression autour de l'axe à la distance Z_r=**1** (e) et Z_r=**2** (f) du piston (figures II-4, II-5, II-6, II-7). Sur chacune des courbes, nous avons fait figurer le transducteur en grisé.



a) Coupes du faisceau à 3, 6 et 20 dB.

b) Vue tridimensionnelle du champ de pression.

c) Courbes isobares à 3, 6, 20 dB.

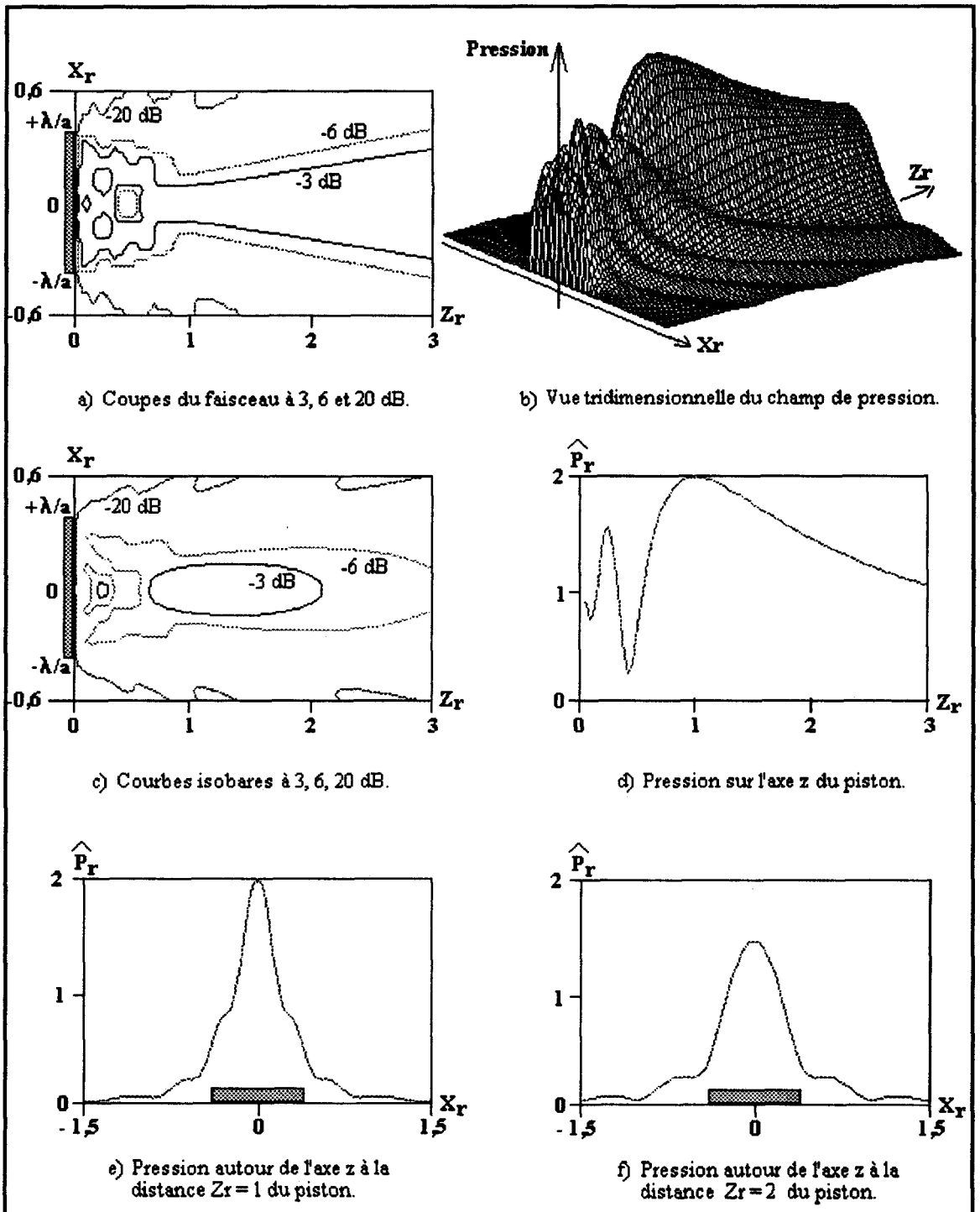
d) Pression sur l'axe z du piston.

e) Pression autour de l'axe z à la distance Zr = 1 du piston.

f) Pression autour de l'axe z à la distance Zr = 2 du piston.

Figure II-4. Simulation du champ de pression d'un piston circulaire par le calcul numérique de l'intégrale de Rayleigh-Sommerfeld.

Cas où: $\frac{a}{\lambda} = 1$



a) Coupes du faisceau à 3, 6 et 20 dB.

b) Vue tridimensionnelle du champ de pression.

c) Courbes isobares à 3, 6, 20 dB.

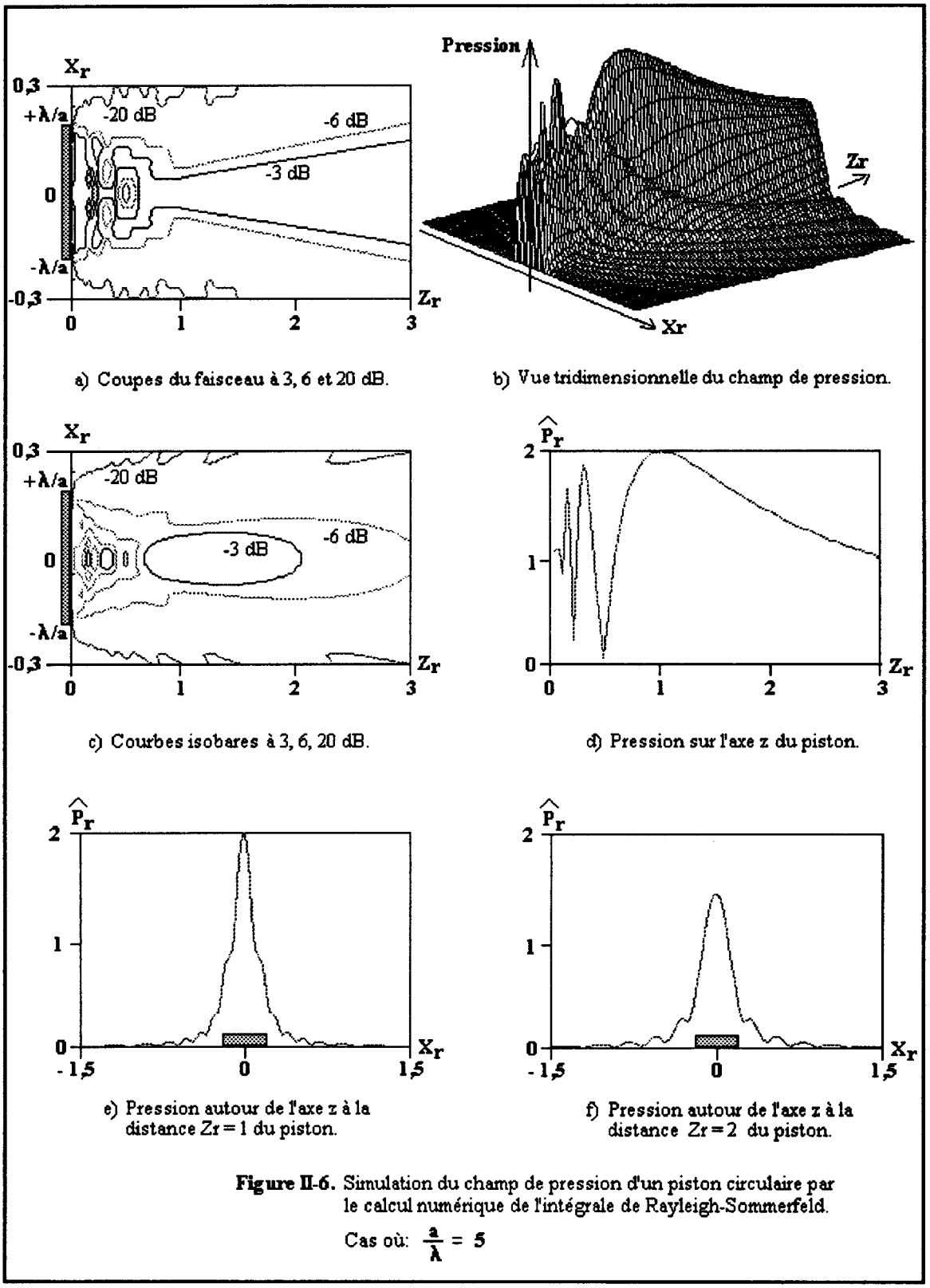
d) Pression sur l'axe z du piston.

e) Pression autour de l'axe z à la distance Zr = 1 du piston.

f) Pression autour de l'axe z à la distance Zr = 2 du piston.

Figure II-5. Simulation du champ de pression d'un piston circulaire par le calcul numérique de l'intégrale de Rayleigh-Sommerfeld.

Cas où: $\frac{a}{\lambda} = 2{,}5$



a) Coupes du faisceau à 3, 6 et 20 dB.

b) Vue tridimensionnelle du champ de pression.

c) Courbes isobares à 3, 6, 20 dB.

d) Pression sur l'axe z du piston.

e) Pression autour de l'axe z à la distance Zr = 1 du piston.

f) Pression autour de l'axe z à la distance Zr = 2 du piston.

Figure II-6. Simulation du champ de pression d'un piston circulaire par le calcul numérique de l'intégrale de Rayleigh-Sommerfeld.

Cas où: $\frac{a}{\lambda} = 5$

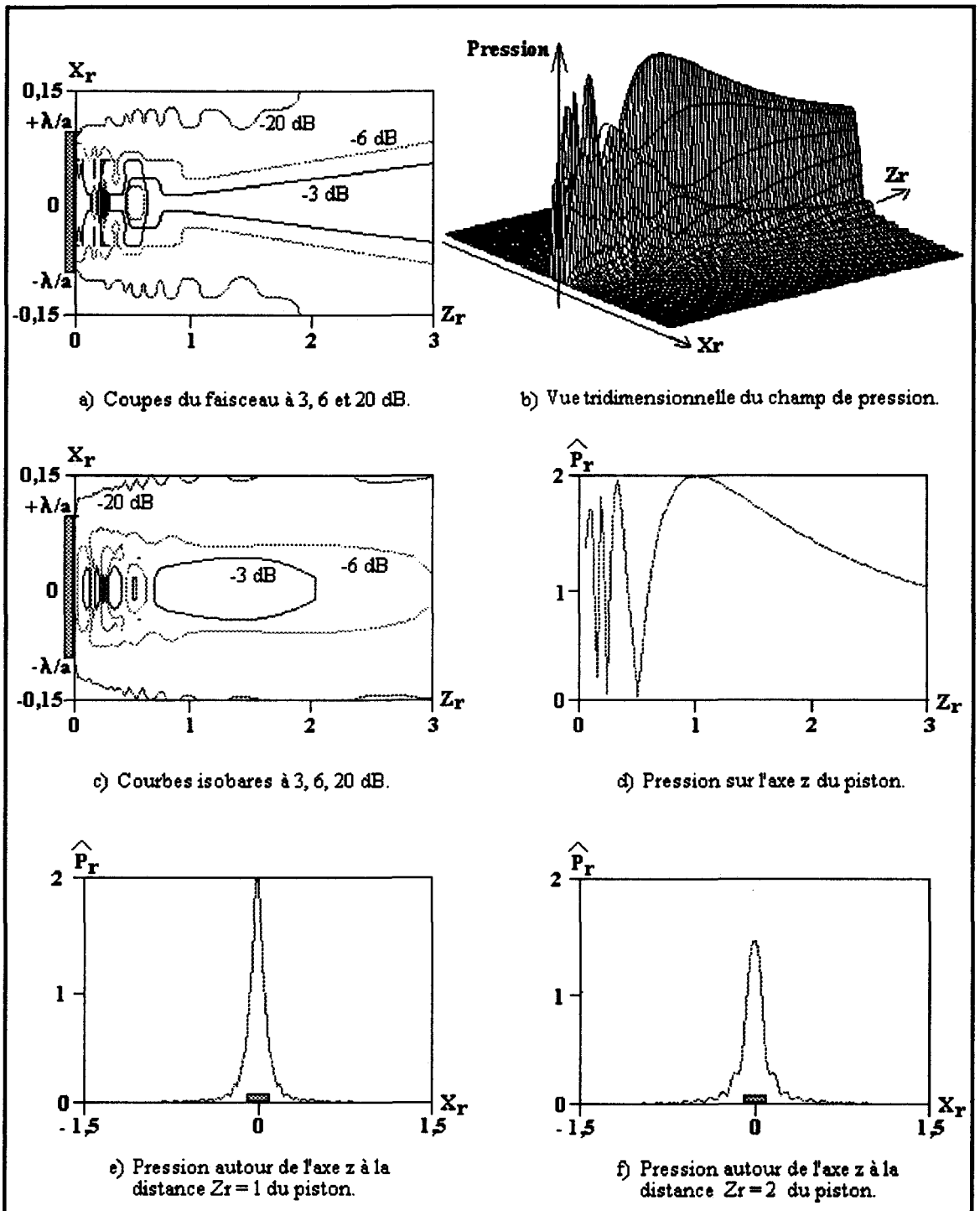


Figure II-7. Simulation du champ de pression d'un piston circulaire par le calcul numérique de l'intégrale de Rayleigh-Sommerfeld.

Cas où: $\frac{a}{\lambda} = 10$

L'examen de ces courbes montre un certain nombre de caractéristiques intéressantes des champs acoustiques. La première constatation est la complexification croissante du champ proche ou zone de Fresnel au fur et à mesure que le paramètre a/λ augmente. Cette complexité est liée à d'importants phénomènes d'interférences dans cette zone. Ces résultats montent également que la limite du champ proche est située à environ $Zr_{max} \equiv a^2/\lambda$, valeur qui est nettement plus faible que

la distance $\mathbf{D_{limite}=4a^2/\lambda}$ définie habituellement comme étant l'intersection de la divergence du faisceau acoustique à **-3dB** et du 'tube' prolongeant le transducteur (figure II-8).

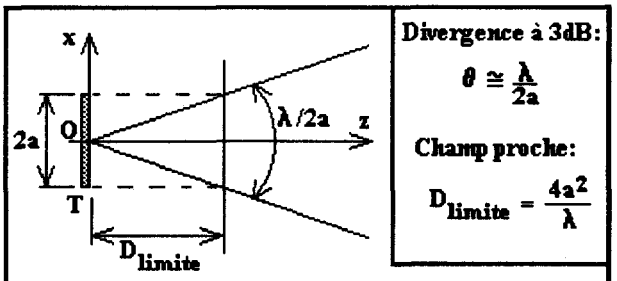


Figure II-8. Calcul de la zone de champ proche à partir de la divergence acoustique.

D'autre part, dans la zone de Fresnel, l'énergie acoustique est souvent considérée comme confinée dans un tube de diamètre égal au diamètre du transducteur. Les cartes de champ (courbes isobares (c) et coupes du faisceau (a)) montrent que la situation est beaucoup plus complexe et qu'il se produit un phénomène de focalisation naturelle en ce sens que la largeur à **-3dB** du faisceau acoustique dans la zone de transition Fresnel-Fraunhofer peut être réduite une valeur inférieure au quart du diamètre du transducteur lorsque le paramètre $\mathbf{a/\lambda}$ augmente. Dans la zone de champ lointain ou zone de Fraunhofer ($\mathbf{Z_r>a^2/\lambda}$), le champ est plus régulier et le profil autour de l'axe tend vers une fonction $\mathbf{J_1(X)/X}$ lorsque $\mathbf{Z_r>>1}$. On doit noter également qu'en champ lointain, le facteur de directivité $\mathbf{Q(\theta')}$ n'apporte pas de modification significative à la structure du champ et que l'approximation $\mathbf{Q(\theta')=1}$ est tout à fait valable.

Cette approche numérique permet, d'une part, de caractériser le champ produit par un transducteur circulaire travaillant en mode piston et, d'autre part, de connaître la répartition de pression que l'on va appliquer en chaque point d'un dioptre dans la simulation du champ focalisé alors qu'elle est couramment supposée uniforme. Cette technique permet de prendre en compte les variations d'amplitude sur le dioptre dues à la diffraction dans le corindon, ce phénomène ayant pour effet de réduire l'ouverture de la lentille. En effet, pour une lentille de corindon de **0.5mm** de rayon de courbure **(a/λ=10 à 200 MHz)**, nous présentons sur la figure II-9, quatre profils de champ autour de l'axe **0z** pour $\mathbf{z=\alpha.(a^2/\lambda)}$ avec $\mathbf{\alpha=(1\text{-}2\text{-}3\text{-}4)}$. Il faut noter que nous considérons un milieu isotrope qui peut être la base d'un modèle pour une ligne à retard en silice. Dans le cas du corindon, l'anisotropie suivant la coupe utilisée a pour conséquence de compenser les effets de la diffraction.

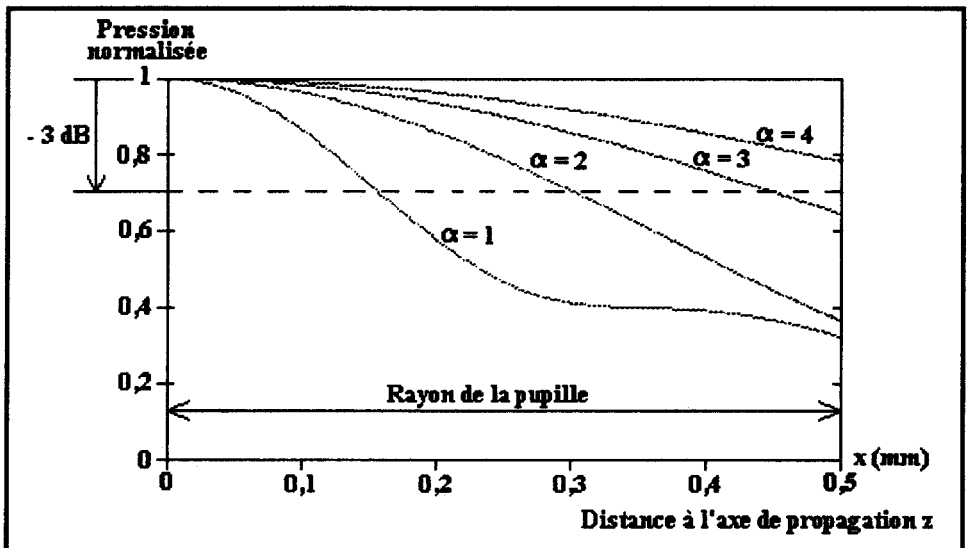


Figure II-9. Répartition de pression sur le dioptre pour différentes positions de celui-ci par rapport au transducteur.

Pour un dioptre de largeur égale au diamètre du transducteur, on retrouve bien la distance limite définie géométriquement $z=D_{limite}=4a^2/\lambda$ correspondant à un champ uniforme sur cette surface à **-3dB** près. Si le dioptre est plus proche du transducteur que D_{limite}, on ne peut plus considérer le champ comme uniforme et en particulier lorsque celui-ci est placé à la limite du champ proche $z=a^2/\lambda$. Nous allons dans la suite, tenir compte de la variation d'amplitude et de phase du faisceau incident sur le dioptre afin de caractériser les champs acoustiques focalisés.

I-3 Description du champ acoustique focalisé

I-3-1 Approche par l'intégrale de Rayleigh-Sommerfeld

Nous nous proposons ici de calculer le champ produit par un dioptre sphérique dans un milieu de propagation **2**, compte-tenu du champ délivré par un piston circulaire dans un milieu **1** situé à une distance Z_l du sommet du dioptre (figure II-1). Dans un premier temps, on calcule la répartition de pression acoustique sur le dioptre dans le milieu **1** constituant la ligne à retard à l'aide de la méthode précédemment décrite. La loi de phase de la lentille n'est pas introduite directement dans le calcul vu que l'on prend en compte la courbure de celle-ci dans la formulation géométrique du problème lors de la détermination du champ en un point **M** du dioptre (figure II-10).

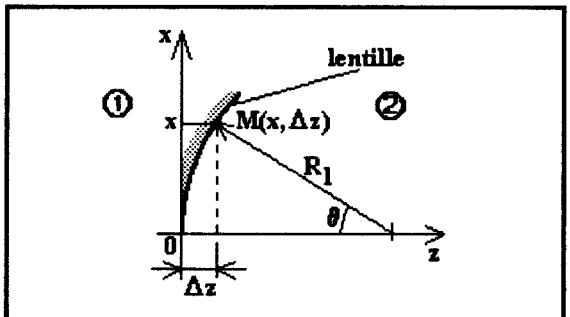


Figure II-10. Géométrie du problème.

Cette figure permet de déduire les coordonnées du point **M(x,Δz)** par rapport au sommet du dioptre, en lesquelles le champ doit être déterminé:

$$x = R_l.\sin(\theta)$$
$$\Delta z = R_l.(1-\cos(\theta)) = R_l.[1-\cos(\mathrm{asin}(x/R_l))]$$

La deuxième étape du calcul permet de prendre en compte le coefficient de transmission en amplitude à la traversée du dioptre. Ce coefficient est calculé dans l'hypothèse où le transducteur ne génère pas d'ondes transversales. De plus, on suppose le milieu fluide **2** est un fluide idéal sans viscosité qui ne permet pas la transmission des efforts de cisaillement et donc la propagation des ondes transversales (eau). Le coefficient de transmission en amplitude du potentiel des vitesses est donné par **[NON78]**:

$$T_\Phi(\theta) = \frac{2\rho_1 \mathrm{cotg}\,\theta\, \mathrm{cotg}\,\theta_{tr}}{\rho_2(1 + \mathrm{cotg}\,\theta\, \mathrm{cotg}\,\theta_{tr}) - \rho_1(\cos 2\theta_{tr} - \sin 2\theta_{tr}\, \mathrm{cotg}\,\theta - \mathrm{cotg}\,\theta_{tr}\, \mathrm{cotg}\,\theta_{lt})}$$

La figure II-11 montre les différents rayons réfléchis au point **M** de la lentille ainsi que les différents angles mis en jeu dans l'expression du coefficient de transmission.

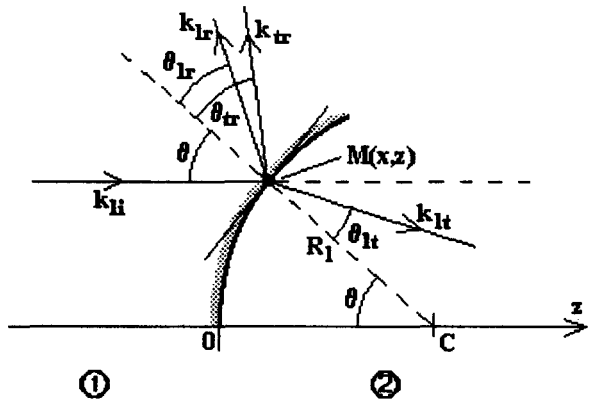


Figure II-11. Les différents rayons réfléchis et transmis sur le dioptre.

Où: k_{li}, θ: vecteur d'onde et angle d'incidence de l'onde longitudinale.
k_{lr}, θ_{lr}: vecteur d'onde et angle de l'onde longitudinale réfléchie.
k_{tr}, θ_{tr}: vecteur d'onde et angle de l'onde transversale réfléchie.
k_{lt}, θ_{lt}: vecteur d'onde et angle de l'onde longitudinale transmise.

Avec: $\theta = \theta_{lr} = \mathrm{asin}(x/R_l)$

Les lois de Descartes permettent de calculer les différents angles:

$$\theta_\alpha = \mathrm{asin}[\,(k_{li}/k_\alpha).(x/R_l)\,]$$

Où: α = **tr** pour le transversal réflechi.
α = **lt** pour le longitudinal transmis.

Comme nous travaillons en pression acoustique dans tout le calcul, le coefficient de transmission en potentiel doit être corrigé en pression par le rapport des densités des deux milieux mis en jeu:

$$T_p = (\rho_2/\rho_1).T_\Phi$$

Ces deux premières étapes permettent de déterminer la pression en chaque point du dioptre dans le fluide **2**:

$$p_d(x) = T_p(x).p(x)$$

Où: $\mathbf{p(x)}$ est la pression sur le dioptre dans le milieu **1**.
$\mathbf{p_d(x)}$ est la pression sur dioptre côté fluide **2**.
$\mathbf{T_p(x)}$ est le coefficient de transmission en amplitude de pression au passage de la lentille.

On notera que ces expressions sont des fonctions de la variable x uniquement puisque le système est à symétrie circulaire et que la courbure est exprimée en fonction de **x** par $\mathbf{\Delta z(x)}$.

De façon à calculer l'intégrale de Rayleigh-Sommerfeld sur la surface du dioptre, le problème géométrique doit être reformulé du fait que la surface source n'est plus plane mais sphérique. La figure II-12 présente la géométrie du problème.

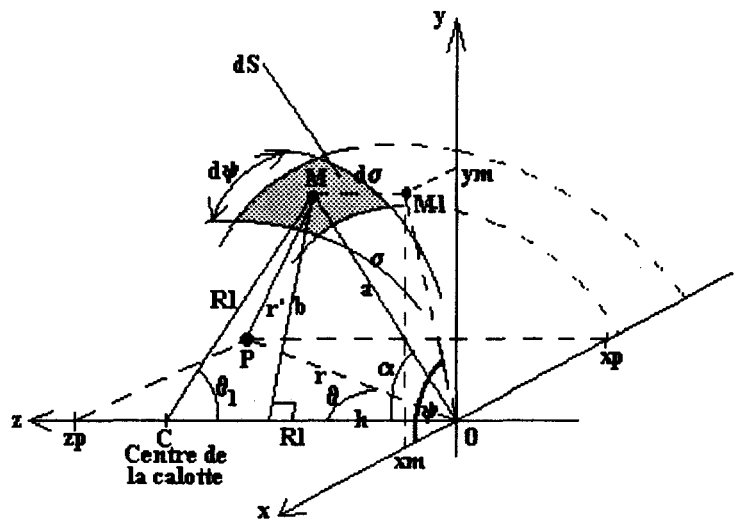


Figure II-12. Géométrie adoptée pour le calcul avec une calotte sphérique.

Dans cette géométrie, la distance **r'** du point source **M** au point d'observation **P** doit être recalculé en tenant compte de la courbure de la lentille. Le détail du calcul est présenté dans l'annexe 2-1 et on aboutit à:

$$r'^2 = 2.R_l^2.[1-\cos(\sigma/R_l)] + r^2 - [\ 2.R_l.r.[2.(1-\cos(\sigma/R_l))]^{1/2}.....$$
$$.....(\sin((\pi R_l - \sigma)/2R_l).\cos(\psi).\sin(\theta) + \cos((\pi R_l - \sigma)/2R_l).\cos(\theta))\ ]$$

Cette formulation permet d'utiliser la même forme discrétisée de l'intégrale de Rayleigh-Sommerfeld telle qu'elle a été présentée dans le paragraphe précédent.

Nous avons réalisé, en utilisant cette technique, la simulation du champ focalisé autour du foyer produit par une lentille en corindon de **0.5mm** de rayon de courbure, d'ouverture **60°** et

fonctionnant à **200 MHz**, le milieu de propagation étant de l'eau. De façon à tenir compte d'une répartition non-uniforme de pression sur le dioptre, nous avons placé le sommet de ce dernier à une distance $\mathbf{z=2.a^2/\lambda}$ du transducteur (où **a** est le rayon du transducteur et λ la longueur d'onde dans la ligne à retard). L'ensemble des résultats est résumé sur la figure II-13 où l'on peut trouver une représentation 3D du champ de pression (a), les courbes isobares à **-3dB**, **-6dB** et **-20dB** (b), le champ autour de l'axe de propagation dans le plan focal (c) et le champ sur l'axe de propagation (d). Les simulations ont été réalisées avec un pas sur l'axe **z** égale à λ et sur l'axe **x** égale à $\lambda/8$.

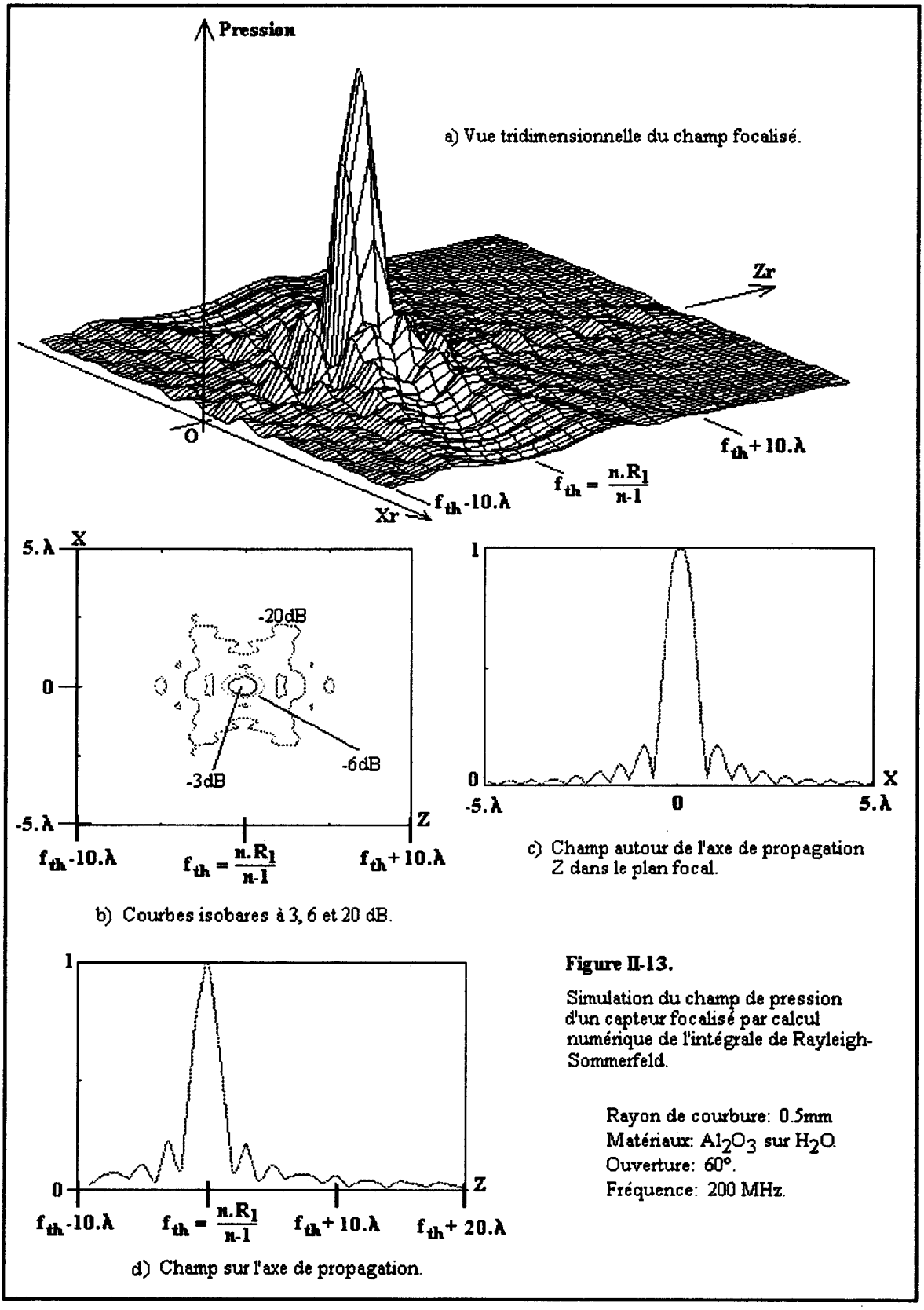


Figure II-13.

Simulation du champ de pression d'un capteur focalisé par calcul numérique de l'intégrale de Rayleigh-Sommerfeld.

Rayon de courbure: 0.5mm
Matériaux: Al_2O_3 sur H_2O
Ouverture: 60°.
Fréquence: 200 MHz.

Les différentes représentations sont référencées par rapport à la distance focale théorique données par l'optique géométrique dans le cas de l'approximation paraxiale:

$$f_{th} = n.R_l/(n-1)$$

Où: R_l est le rayon de courbure de la lentille.
$n = v_2/v_1$ est l'indice de réfraction relatif corindon/eau de la lentille.

Ces résultats illustrent clairement l'effet de focalisation et situe le point focal à environ f_{th}. On n'observe pas d'écart significatif par rapport à la distance focale théorique ce qui montre que, malgré une ouverture de **60°**, les aberrations sont négligeables compte tenu de l'indice de **7** dont on dispose.

Si les figures II-13(a) et II-13(b) donnent plutôt une image de la topologie du faisceau, les figures II-13(c) et II-13(d) permettent par contre, une caractérisation plus précise des paramètres géométriques de la tache focale. La figure II-13(c) permet d'évaluer la largeur du faisceau acoustique dans le plan focal, définissant ainsi une mesure de la résolution latérale du capteur. Dans notre cas particulier:

$$W_{-3dB} \cong 5{,}2\ \mu m$$
$$W_{-6dB} \cong 6{,}5\ \mu m$$

On peut également mesurer la largeur du faisceau acoustique W_0 aux deux premiers minima et rapprocher cette valeur de celle donnée par un calcul de diffraction $W_{0\text{-diff.}}$ dans les conditions de Fraunhofer dans le cas de l'approximation paraxiale (zéros de la fonction $J_1(x)/x$):

$$W_0 \cong 10{,}4\ \mu m$$
$$W_{0\text{-diff.}} = 1{,}22.\ (\lambda.f)/(\ R_l.\sin(\theta_{max})\ ) \cong 12{,}3\ \mu m$$

La figure II-13(d) donne la distance de focalisation et la profondeur de champ définissant la résolution longitudinale:

$$f_{simu.} = 583\ \mu m$$
$$L_{-3dB} \cong 15\ \mu m$$
$$L_{-6dB} \cong 19{,}5\ \mu m$$

On peut également comparer ici L_{-6dB} à la profondeur de champ à mi-hauteur théorique donnée par l'approximation paraxiale:

$$L_{th\text{-}6dB} = 2.(\lambda.f^2)/(\ R_l.\sin(\theta_{max})\ )^2 \cong 27\ \mu m$$

On constate une légère différence du résultat donné par la simulation par rapport au calcul théorique. Cette différence peut être attribuée au fait que la formule est établie dans le cas des lentilles minces, approximation qui n'est pas valide dans notre cas du fait de la grande ouverture utilisée (60°).

Ce type de modélisation, bien que physiquement séduisante, souffre d'un handicap majeur au niveau de la simulation. D'une part, les conditions de discrétisation du dioptre imposent un nombre d'éléments de surface égal à $32\pi(a/\lambda)^2$ **[ZEM70]**. Pratiquement, dans le cas qui nous intéresse, le rapport a/λ est très élevé:

$$a = 0{,}5\ mm$$
$$\lambda = 7{,}5\ \mu m \quad \text{(à 200 MHz dans l'eau)}$$
$$\Rightarrow \quad a/\lambda \cong 67$$

D'autre part, comme nous le verrons plus loin dans cet exposé, l'utilisation de lentilles à grande ouverture et à indice de réfraction élevé permet d'obtenir des dimensions de tache focale de l'ordre de la longueur d'onde, ce qui impose un maillage du plan d'observation avec une résolution d'au moins $\lambda/10$. Ces deux points augmentent de façon prohibitive le temps de calcul. De manière à pallier partiellement à cet inconvénient, nous proposons, dans le paragraphe suivant, une autre démarche de calcul du champ. Celle-ci est basée sur la décomposition spectrale ou décomposition en ondes planes et repose sur l'analyse de Fourier spatiale du champ.

I-3-2 Etude du champ focalisé par décomposition spectrale

a) Considérations préliminaires

Cette analyse donne une alternative élégante à la méthode précédemment décrite qui faisait appel à l'intégrale de Rayleigh-Sommerfeld. Elle est basée sur l'analyse de Fourier bidimensionnelle et s'apparente fortement à la théorie des filtres linéaires invariants **[GOO]**. L'idée de base est de calculer la transformée de Fourier bidimensionnelle d'une onde quelconque dans un plan.

On considère une onde quelconque se propageant dans la direction **z>0** et tombant sur un plan défini par **(0xy)** en **z=0** (figure II-14).

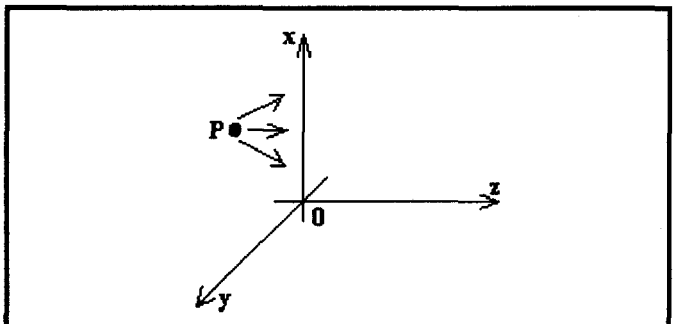


Figure II-14. Onde quelconque en un point P du plan (0,x,y).

On représente le champ de pression complexe de cette onde dans ce plan par **p(x,y,0)** dont la transformée de Fourier bidimensionnelle (TFB) s'écrit:

$$A_0(f_x,f_y) = TF[p(x,y,0)] = \iint_{-\infty}^{+\infty} p(x,y,0).\exp[-i2\pi(f_x.x + f_y.y)]\,dx\,dy$$

Où $A_0(f_x,f_y)$ est le spectre bidimensionnel de **p(x,y,0)** et f_x,f_y sont les fréquences spatiales correspondantes.

Inversement, le champ s'exprime à partir de la transformée de Fourier inverse du spectre $A_0(f_x,f_y)$. Cette expression traduit le fait que le champ **p(x,y,0)**, qui n'a pas une forme simple, peut être décomposé sur une base de fonctions exponentielles imaginaires plus simples:

$$p(x,y,0) = TF^{-1}[A_0(f_x,f_y)] = \iint_{-\infty}^{+\infty} A_0(f_x,f_y).\exp[i2\pi(f_x.x + f_y.y)]\,df_x\,df_y$$

Dans cette expression, il faut remarquer que le terme exponentiel $\mathbf{exp[i2\pi(f_x.x+f_y.y)]}$ représente le cas particulier d'une onde plane dans le plan $\mathbf{z=0}$:

$$\exp[i\vec{k}.\vec{OP}] = \exp[i2\pi(f_x.x + f_y.y + f_z.z)]$$

Le vecteur d'onde **k** peut s'écrire:

$$\vec{k} = \begin{vmatrix} k_x \\ k_y \\ k_z \end{vmatrix} = 2\pi \begin{vmatrix} f_x \\ f_y \\ f_z \end{vmatrix} = k \begin{vmatrix} \alpha \\ \beta \\ \gamma \end{vmatrix}$$

Où: $\mathbf{k=2\pi/\lambda}$.
α,β,γ sont les cosinus directeurs et $\alpha^2+\beta^2+\gamma^2 = 1$.
$\alpha=\cos(\theta)$ et $\beta=\cos(\psi)$ sur la figure II-15.
$k_z=[k^2-k_x^2-k_y^2]^{1/2}$.

Ces expressions permettent de passer indifféremment des fréquences spatiales aux composantes du vecteur d'onde et inversement. En $\mathbf{z=0}$, le champ de pression s'écrit:

$$p(x,y,0) = TF^{-1}[A_0(k_x,k_y)] = \frac{1}{(2\pi)^2}\iint_{-\infty}^{+\infty} A_0(k_x,k_y).\exp[i(k_x.x + k_y.y)]\,dk_x\,dk_y$$

Cette expression montre clairement que le champ de pression $\mathbf{p(x,y,0)}$ peut être décomposé en une somme d'ondes planes se propageant dans des directions différentes (spectre angulaire), de vecteur d'onde:

$$\vec{k} = \begin{vmatrix} k_x \\ k_y \\ k_z = [k^2 - k_x^2 - k_y^2]^{1/2} \end{vmatrix}$$

La figure II-15 illustre graphiquement l'une des composantes d'ondes planes du champ.

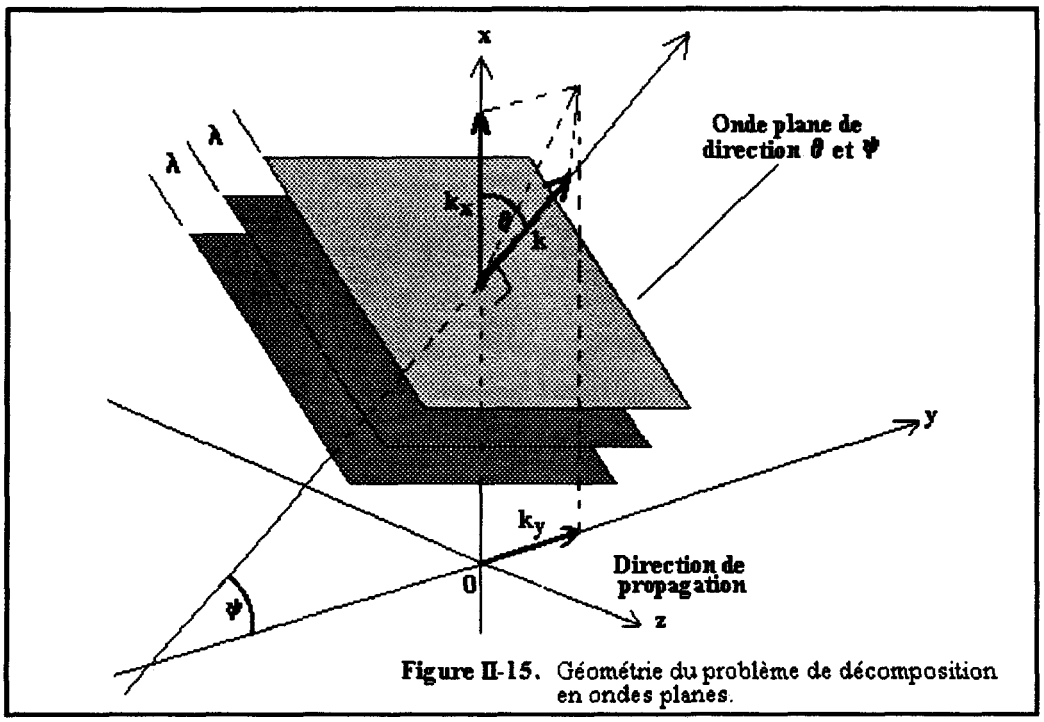


Figure II-15. Géométrie du problème de décomposition en ondes planes.

b) Application aux champs focalisés

Après les remarques d'ordre général faites au paragraphe précédent, on se propose d'appliquer la méthode de décomposition spectrale au calcul de champs focalisés. Il faut noter, avant d'aller plus loin, l'intéret que présente cette technique par rapport au calcul de l'intégrale de Rayleigh-Sommerfed.

Ayant déterminé le spectre angulaire de la source $A_0(k_x,k_y)$, on peut calculer celui-ci en n'importe quel plan repéré par la position **z** en appliquant simplement le théorème du retard qui explicite la propagation du spectre **[GOO]**. Soit $A_z(k_x,k_y)$, ce spectre:

$$A_z(k_x,k_y) = A_0(k_x,k_y).\exp[i.k_z.z]$$

Où la composante k_z est calculée pour chaque couple k_x,k_y par:

$$k_z=[k^2-k_x^2-k_y^2]^{1/2}$$

On pourra ensuite, au plan **z**, déterminer le champ de pression **p(x,y,z)** à partir du spectre $A_z(k_x,k_y)$ par transformation de Fourier inverse.

Nous avons à notre disposition trois méthodes de calcul du spectre angulaire. La première est basée sur l'utilisation d'un algorithme intégré de transformée de Fourier spatiale rapide (FFT2). Si cette méthode ne pose pas de problème pour le calcul du spectre $A_0(k_x,k_y)$, elle rend par contre difficile le contrôle des échelles dans l'espace des fréquences du fait que l'on n'a pas accès aux critères d'échantillonnage du champ de pression source. D'autre part, l'emploi du théorème du retard est considérablement complexifié du fait des symétries et des conjugaisons complexes qui sont générées par l'algorithme. Cette solution n'a donc pas été retenue. La deuxième méthode permet de s'affranchir du calcul de la transformée de Fourier bidimensionnelle. En effet, comme il est montré dans l'annexe 2-2, le calcul direct par l'intégrale de Rayleigh-Sommerfeld du champ produit par une ouverture diffractante prend la forme d'un spectre angulaire lorsque le calcul est

mené à une distance très grande devant les dimensions de l'ouverture. A l'infini, le champ de pression en un point **P**, s'écrit (voir la figure II-16):

$$p(P) = \frac{h}{|MP|} . \exp[i\vec{k} . \vec{OP}] \iint_S p_0 . \exp[-i(k_x x + k_y y)] dS$$

Où **h** est une constante de proportionnalité.

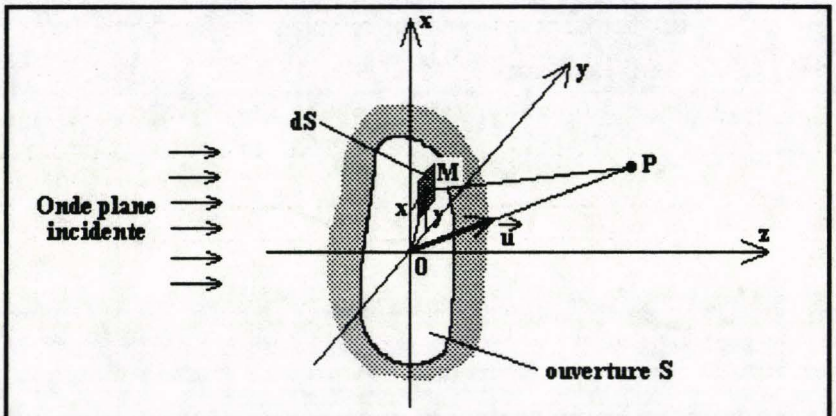


Figure II-16. Diffraction d'une onde plane par une ouverture.

Cette expression montre bien que le champ en **P** situé à l'infini s'apparente au spectre angulaire de l'ouverture diffractante, soit:

$$p_\infty(P) \cong A_0(k_x, k_y)$$

Divers calculs numériques ont été menés dans le cas de lentilles à géométrie cylindrique lorsque les dimensions suivant **y** sont très grandes **[NON90]**. Dans ce cas particulier, le champ est indépendant de **y** et on peut ramener le calcul à un problème plan (figure II-17).

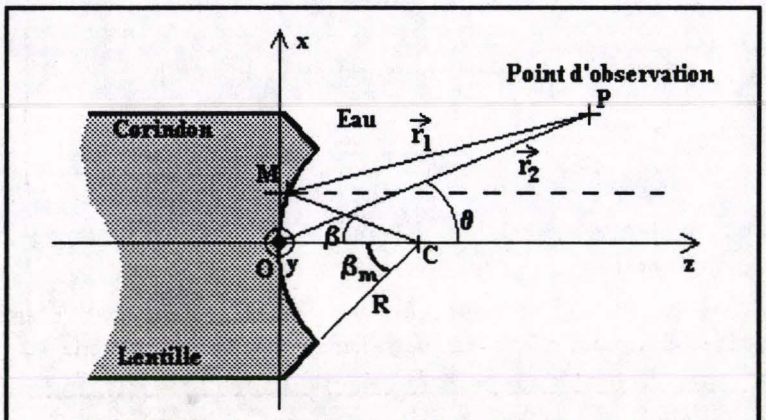


Figure II-17. Paramètres de calcul du champ focalisé pour une géométrie cylindrique.

Le champ de pression en un point **P** situé à l'infini s'écrit alors pour une lentille de rayon de courbure **R** et d'ouverture β_m (annexe 2-2):

$$p_\infty(P) = A_0(\theta) = \frac{R.\exp[i\vec{k}.\vec{r_1}].\exp[-i\frac{2\pi R}{\lambda}\cos(\theta)]}{[\,|\vec{r_2}|\,]^{1/2}} \int_{-\beta_m}^{\beta_m} p_0.\exp[i\frac{2\pi R}{\lambda}\cos(\theta+\beta)]\,d\beta$$

Les figures II-18 et II-19 montrent les spectres angulaires d'une lentille d'ouverture β_m=60° et de rayon de courbure **R=0.5mm** tranvaillant à **200 MHz** dans l'eau soit λ=7.5µm, calculés par cette technique, pour une répartition uniforme de pression sur le dioptre (figure II-18) et pour une répartition non-uniforme (figure II-19) qui correspond au cas α=2 de la figure II-9.

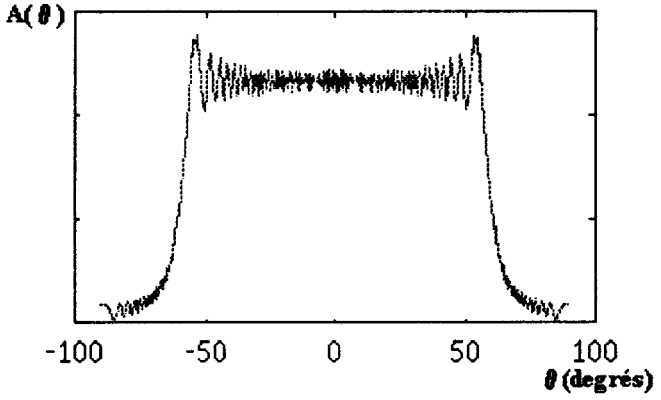


Figure II-18. Spectre angulaire d'une lentille cylindrique déterminé par calcul du champ à l'infini (répartition uniforme).

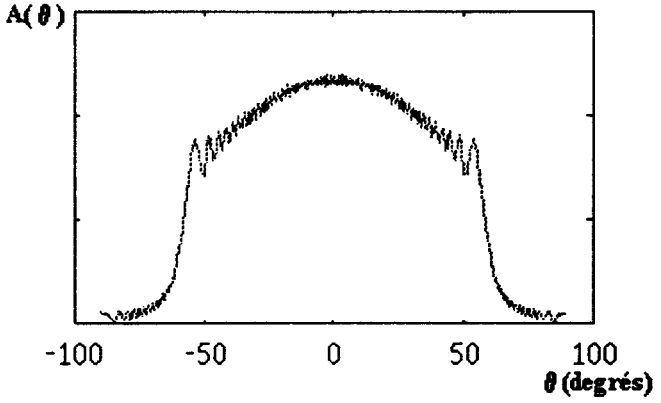


Figure II-19. Spectre angulaire d'une lentille cylindrique déterminé par calcul du champ à l'infini (répartition non-uniforme).

Le spectre angulaire du champ est ensuite calculé en divers plans **z** en appliquant le théorème du retard:

$$A_z(\theta) = A_0(\theta).\exp[i.k_z.z] = A_0(\theta).\exp[i.(2\pi/\lambda).\cos(\theta).z]$$

Avec: $k_z = [k^2-k_x^2]^{1/2}$ et $k_x=k.\sin(\theta)$

A de partir $A_z(\theta)$, le champ correspondant (autour de l'axe) est calculé par transformation de Fourier inverse:

$$p_z(x) = \int_{-\theta_m}^{\theta_m} A_z(\theta)\, \exp[\, i.k_x.x\,]\, d\theta$$

La troisième méthode utilise les propriétés particulières des systèmes à symétrie circulaire. En effet, le champ dans le plan de sortie de la lentille possède ce type de symétrie et on montre que la transformée de Fourier bidimensionnelle du champ prend une forme particulière appelée transformée de Hankel d'ordre 0. Cette dernière a l'avantage d'être une opération monodimensionnelle. Dans cette technique, le champ dans le plan de sortie P_S de la lentille situé à la côte z_0 est d'abord calculé par la méthode classique à partir de la répartition de pression sur le dioptre (voir figure II-20), ce qui permet de se ramener à une source plane équivalente. Ensuite, la transformée de Hankel est calculée dans ce plan. On applique ensuite le même principe de retard pour déduire le spectre en différents plans z. Le champ de pression est enfin déduit de ces spectres par transformation de Hankel inverse.

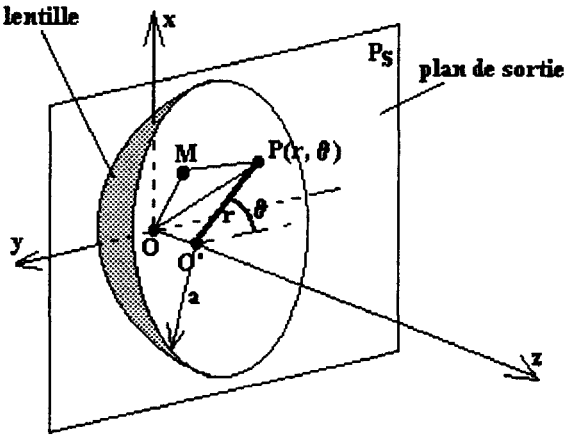


Figure II-20. Géométrie adoptée pour le calcul de la transformée de Hankel.

Du fait de la symétrie circulaire, le champ est exprimé sur un rayon **O'P** du plan P_S en coordonnées polaires. La symétrie de révolution permet d'écrire le champ sous la forme d'une fonction indépendante de θ:

$$p(r,\theta,z_0) = p_R(r,z_0)$$

Dans ce cas particulier, son spectre angulaire se réduit à la transformée de Hankel (annexe 2-3):

$$A_0(f_r) = H_0[\,P_R(r,z_0)\,] = 2\pi \int_0^a r.P_R(r,z_0)\,J_0(2\pi f_r\, r)\,dr$$

Où: $p_R(r,z_0)$ est la pression sur un rayon.

$J_0(2\pi f_r r)$ est la fonction de Bessel d'ordre 0, de première espèce.

f_r est la fréquence spatiale sur le rayon ($k_r=2\pi f_r$).

$a=R.\sin(\theta_{max})$ est le rayon apparent de la pupille dans le plan de sortie.

La figure II-21 montre à titre de comparaison les spectres angulaires obtenus dans le plan de sortie de la lentille par transformation de Hankel du champ acoustique dans ce plan (trait plein) et par calcul du champ à l'infini d'une source plane possédant une telle répartition (trait discontinu). Cette figure montre que globalement les résultats obtenus par transformation de Hankel sont comparables à ceux obtenus par calcul du champ à l'infini.

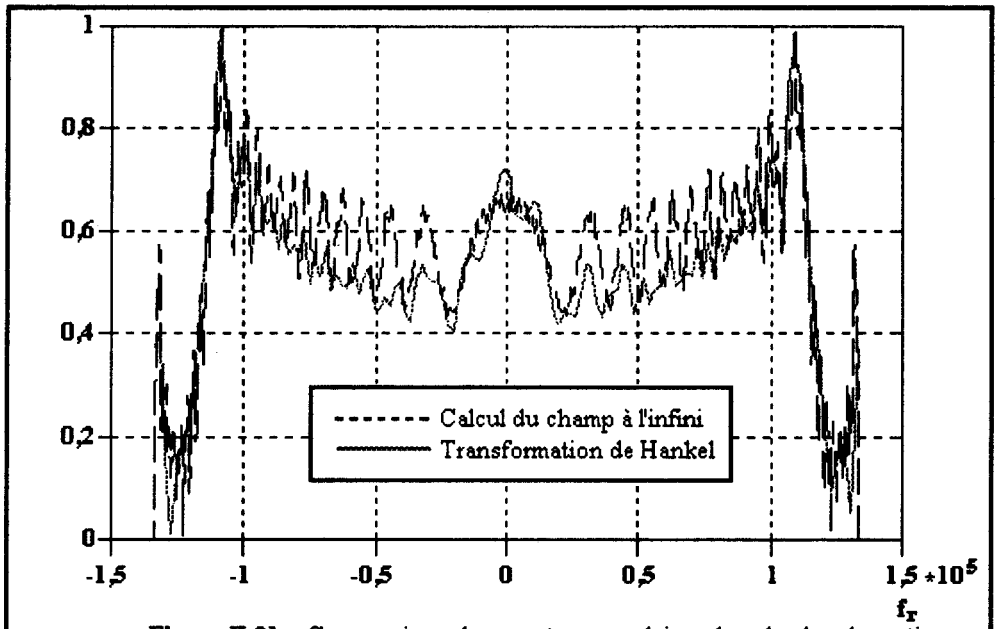


Figure II-21. Comparaison des spectres angulaires dans le plan de sortie de la lentille obtenus par calcul du champ à l'infini et par transformation de Hankel.

La procédure de calcul du champ au niveau du foyer est identique à celle décrite précédemment. Le spectre angulaire est d'abord propagé jusqu'au plan où l'on désire calculer le champ par application du théorème du retard. Le spectre est ensuite inversé par transformation de Hankel inverse définie en annexe 2-3:

$$p_R(r,z) = H_0^{-1}[A_z(f_r)] = 2\pi \int_0^{+\infty} f_r . A_z(f_r) J_0(2\pi f_r r) df_r$$

Pour **z** quelconque supérieur à z_0 et, où $A_z(f_r)$ est le spectre propagé jusqu'au plan **z**.

La figure II-22 montre le champ autour de l'axe de propagation **z** dans le plan focal recontruit par transformation de Hankel inverse. Afin d'illustrer les effets de la diffraction dans la ligne à retard, nous présentons deux cas sur cette figure. Le premier cas (a) correspond à une isonification uniforme du dioptre. Le deuxième (b) prend en compte la répartition de pression complexe sur le dioptre produite par un transducteur comme nous l'avons exposé au début de ce chapitre. Cette répartition correspond au cas dans lequel la lentille est placée au double de la distance de champ proche du transducteur (cas $\alpha=2$ de la figure II-9).

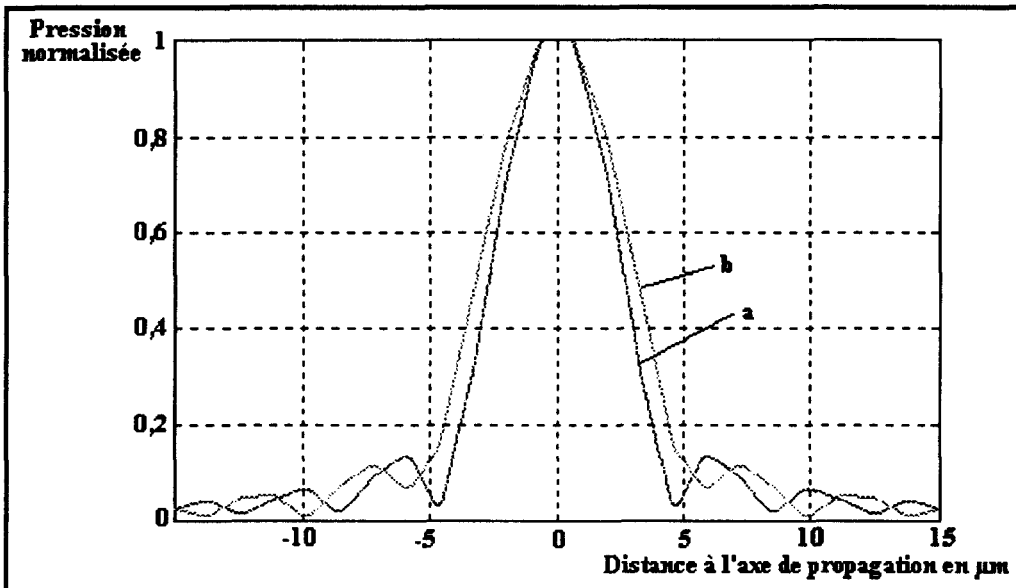


Figure II-22. Champ dans le plan focal obtenu par transformée de Hankel inverse:
a) insonification uniforme du dioptre
b) insonification non-uniforme

Pour une insonification uniforme, la courbe (a) donne une largeur de tache focale de:

$$W_{-3dB} = 4{,}2\ \mu m$$
$$W_{-6dB} = 5{,}4\ \mu m$$

La courbe (b) montre bien la réduction de l'ouverture de la lentille du fait de la diffraction par une largeur de tache focale légèrement supérieure:

$$W_{-3dB} = 5{,}1\ \mu m$$
$$W_{-6dB} = 6{,}6\ \mu m$$

Nous retrouvons ici, les ordres de grandeurs obtenus par le calcul direct de l'intégrale de Rayleigh-Sommerfeld.

La figure II-23 présente la répartition du champ sur l'axe de propagation obtenu également par inversion de la transformée de Hankel dans les deux cas évoqués précédemment.

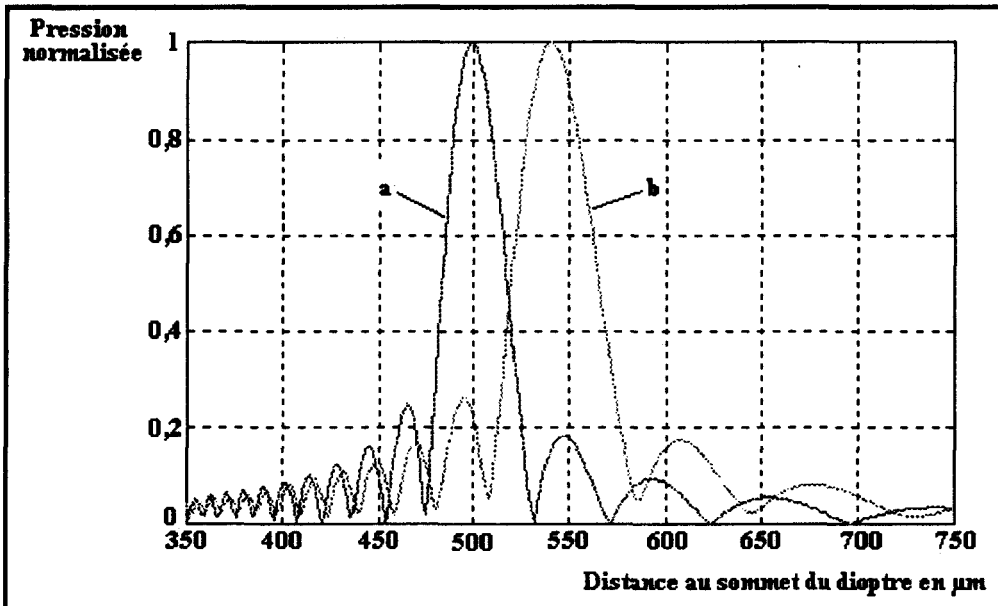


Figure II-23. Champ sur l'axe du dioptre obtenu par transformée de Hankel inverse:
a) insonification uniforme du dioptre
b) insonification non-uniforme

Dans le cas d'une insonification uniforme (a), nous trouvons une distance focale égale au rayon de courbure de la lentille puisque cette situation correspond au cas d'une source en forme de calotte sphérique. La profondeur de champ est, dans ce cas:

$$L_{-3dB} = 23\ \mu m$$
$$L_{-6dB} = 34\ \mu m$$

La diffraction dans la ligne de propagation a pour effet, comme le montre la figure II-23 (b), d'augmenter la distance focale. Nous trouvons ici une valeur de **538 µm**, valeur légèrement inférieure à celle obtenue par l'intégrale de Rayleigh-Sommerfeld. Ces résultats montrent également une augmentation de la profondeur de champ sous l'effet de la diffraction:

$$L_{-3dB} = 30\ \mu m$$
$$L_{-6dB} = 45\ \mu m$$

Finalement, le tableau de la figure II-24 résume les différentes caractéristiques géométriques des champs acoustiques que nous avons simulé, soit par le calcul direct de l'intégrale de Rayleigh-Sommerfeld, soit par l'analyse de Fourier bidimensionnelle dans une formulation particulière: la transformation de Hankel.

Sonde 200 MHz R=0,5 mm θ_{max} = ± 60° Al_2O_3	**Distance focale** f	**Largeur tache focale**		**Profondeur de champ**	
		W_{-6dB}	W_{-3dB}	L_{-6dB}	L_{-3dB}
Rayleigh-Sommerfeld	**583 µm**	**6,5 µm**	**5,2 µm**	**19,5 µm**	**15 µm**
Hankel					
avec diffraction	**538 µm**	**6,6 µm**	**5,1 µm**	**45 µm**	**30 µm**
sans diffraction	**500 µm**	**5,4 µm**	**4,2 µm**	**34 µm**	**25 µm**
Expérimental (voir §III-1)	**600 µm**	**9 µm**		**50 µm**	

Figure II-24. Tableau comparatif des différents paramètres géométriques du capteur obtenus par simulation et par relevé expérimental.

A titre de comparaison, nous avons également fait figurer dans ce tableau, les résultats expérimentaux obtenus sur notre capteur. Ces résultats ainsi que les expérimentations associées sont présentés dans la suite de chapitre.

II- Méthodes d'étude expérimentale des champs acoustiques

L'étude expérimentale du champ acoustique est basée sur le relevé du champ de pression généré par le capteur. Nous présentons ici, quelques méthodes couramment utilisées qui permettent une évaluation du champ acoustique:

Méthodes acoustiques:
- réflexion sur une cible géométrique classique.
- relevé du champ de pression à l'aide de deux lentilles confocales identiques.
- relevé du champ à partir d'une répartition d'obstacles dans le milieu de propagation.

Méthodes optiques:
- méthodes interférométriques.
- visualisation du champ par interaction acousto-optique (Schlieren).

II-1 Relevé du champ acoustique par reflexion sur une cible géométrique

En théorie, pour relever le champ de pression créé par une source en reflexion, il faut que le réflecteur employé soit ponctuel de façon à obtenir la répartition du champ en chaque point de l'espace avec une résolution suffisante. La limite théorique acceptée pour la taille du diffuseur est de l'ordre $\lambda/10$. Cependant, plus le réflecteur est petit et plus le signal rétrodiffusé par celui-ci est faible. Il s'en suit donc une dégradation très importante et très rapide du rapport signal sur bruit à la réception. De plus, en haute fréquence (**>100 MHz**), les cibles à réaliser sont très petites et à la limite de la technologie. Lorsque les fréquences sont plus basses, on peut utiliser cette technique en recherchant un compromis acceptable entre la résolution du relevé et le rapport signal sur bruit. Une cible agit comme un filtre dont la réponse impulsionnelle est fonction de sa géométrie. Le champ réfléchi par une cible n'est pas réellement le champ au point considéré mais plutôt le champ en ce point perturbé par la présence du réflecteur. On cherchera donc des configurations géométriques qui minimisent cette perturbation. De façon générale, trois types de diffuseurs sont

utilisés pour la caractérisation des champs acoustiques en réflexion : sphère, tige à bout hémisphérique, cône.

II-1-1 Réflecteur sphérique

Ce réflecteur est particulièrement intéressant car sa géométrie se rapproche fortement de celle du réflecteur ponctuel théorique. De plus, il ne présente aucun problème d'orientation: il est parfaitement omnidirectionnel. Toutefois, les phénomènes engendrés lors de la rétrodiffusion d'une onde sur un réflecteur sphérique sont très complexes. La réflexion pure sur la sphère s'accompagne de divers changements de modes dus à la sphéricité de la surface. C'est ainsi que sont générées à la périphérie de la sphère, des ondes de surfaces ou ondes circonférencielles. Ces ondes rayonnent dans le fluide et contribuent au champ rétrodiffusé. Un autre type d'ondes est généré à l'intérieur de la sphère. Ces ondes dites "ondes géométriques" se réfléchissent sur et se transmettent à travers l'interface sphère/fluide avec d'éventuels changements de modes. Tous ces phénomèmes engendrent des recombinaisons contructives où destructives qui altèrent sérieusement le champ rétrodiffusé par réflexion pure (figure II-25).

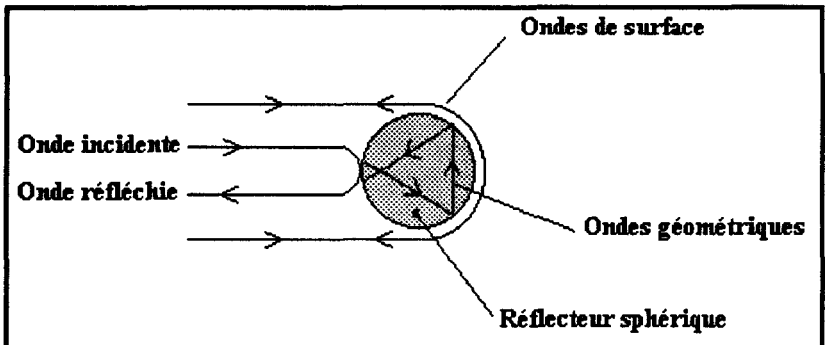


Figure II-25. Différents types d'ondes mis en jeu dans un reflecteur sphérique.

II-1-2 Tige à bout hémisphérique

La structure des échos réfléchis dans le cas de la sphère est très complexe du fait des multiples types d'ondes mis en jeu dans l'interaction de celle-ci avec une onde acoustique et des diverses recombinaisons possibles. Dans la caractérisation du champ produit par une source focalisée, seule la partie d'énergie réfléchie par réflexion pure est intéressante. De façon à supprimer les effets des ondes de surfaces et des ondes géométriques, on peut envisager d'utiliser un réflecteur en forme de tige à bout hémisphérique. L'onde incidente va voir ce réflecteur de la même manière qu'une sphère à ceci près que, si la tige est de longueur importante, les ondes de surface et les ondes géométriques vont se propager dans celle-ci sans interférer avec l'onde réfléchie (figure II-26).

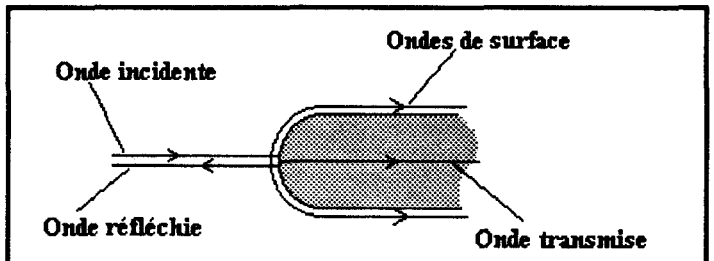


Figure II-26. Ondes mises en jeux dans l'interaction avec une tige à bout hémisphérique.

L'inconvénient majeur de ce type de réflecteur est une directivité plus importante que le réflecteur sphérique. Que ce soit dans le cas d'un réflecteur sphérique ou d'une tige à bout hémisphérique, le niveau des échos réfléchis est très sensible au diamètre apparent du réflecteur et à la longueur d'onde des ultrasons dans le milieu. Cette constatation rend très difficile la standardisation de la mesure du signal rétrodiffusé.

II-1-3 Réflecteur cônique diffractant

Certains travaux **[DEV89]** ont montré qu'un réflecteur en forme de cône pouvait constituer un standard de calibration des sondes ultrasonores. Les réflecteurs décrits précédemment engendrent des phénomènes ondulatoires très complexes et difficilement maitrisables. De plus, ils font preuve d'une sélectivité qui les rend impropres à la caractérisation des sondes large bande. Ces auteurs ont montré que les cônes diffractants permettaient de s'affranchir de ces problèmes et de garantir une bonne insensibilité à l'orientation (figure II-27).

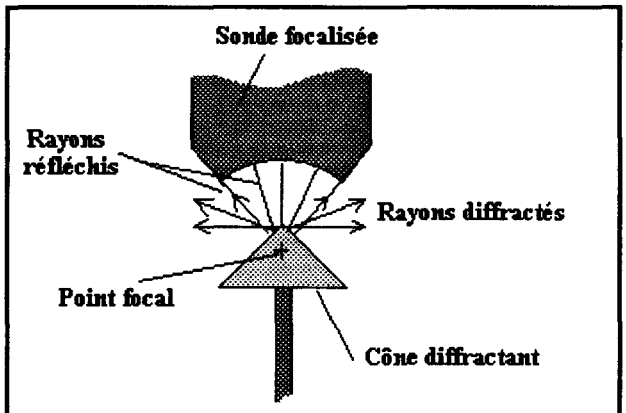


Figure II-27. Interaction d'une onde focalisée avec un réflecteur de type cône diffractant.

II-2 Relevé du champ à l'aide de deux lentilles confocales

Pour les systèmes travaillant en haute fréquence, la taille des cibles devient trop faible pour que celles-ci puissent être exploitées sans difficultés. De plus les phénomènes engendrés par les géométries utilisées (diffusion, ondes de surface,...) peuvent entraîner une altération du signal. Si l'on dispose de deux lentilles identiques, on peut réaliser un système confocal dans lequel les deux lentilles sont placées en vis-à-vis et dont les plans focaux respectifs sont confondus ($\Delta z=0$). L'une des lentilles est utilisée en émission et l'autre en réception (figure II-28).

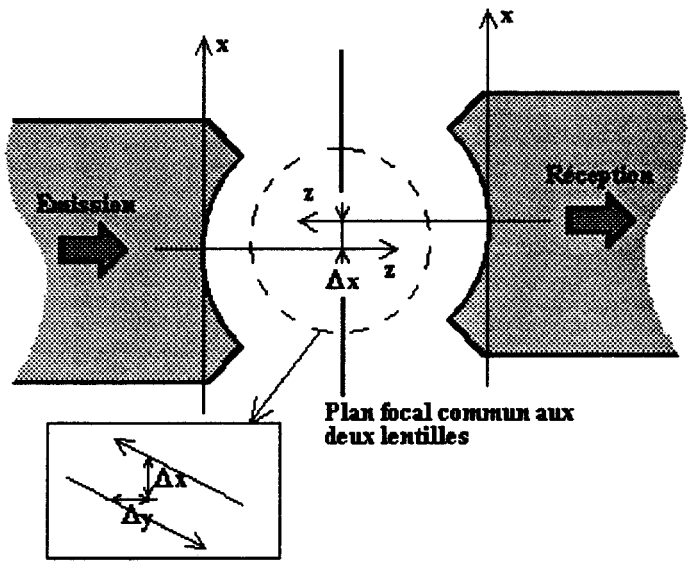


Figure II-28. Système confocal dont les axes optiques sont décalés.

On montre que pour un décalage Δx et Δy des deux lentilles et si ces décalages sont petits devant le diamètre des lentilles, la tension recueillie par le transducteur récepteur est proportionnelle au champ dans le plan focal commun:

$$V(\Delta x,\Delta y) = \alpha.\Phi_f(\Delta x,\Delta y)$$

Où: $V(\Delta x,\Delta y)$ est la tension délivrée par le transducteur récepteur.

$\Phi_f(\Delta x,\Delta y)$ est le champ dans le plan focal.

α est une constante qui prend en compte le déphasage du à la propagation dans le milieu de couplage des deux lentilles et dans les lignes à retard ainsi que le rendement de conversion électro-acoustique.

Le décalage des deux lentilles permet donc la mesure de l'amplitude du champ au voisinage du foyer. Toutefois, si cette technique est d'un emploi évident pour la caractérisation des capteurs équipant les systèmes travaillant en transmission, elle est d'un usage plus limité pour les systèmes fonctionnant en réflexion puisqu'elle nécessite la réalisation de deux lentilles parfaitement identiques.

II-3 Relevé du champ à l'aide d'une répartition d'obstacles dans le milieu de propagation ou méthode des "porosités réparties"

S'il est possible, dans les limites de la technologie, de relever le champ acoustique d'un capteur dans un milieu fluide à l'aide d'un réflecteur (ponctuel, plan,...), il n'est par contre pas envisageable de réaliser une telle manipulation pour caractériser le champ lors de la focalisation sous la surface d'un matériau donné. On peut cependant évaluer la distance de focalisation et la profondeur de champ du capteur considéré à l'aide d'une technique dite des porosités réparties. On dispose pour cela dans le matériau considéré, 10 % environ de porosités uniformément réparties dans le volume. Après focalisation sous la surface de la pièce ainsi constituée, on réalise un balayage parallèlement à cette surface (fig II-29).

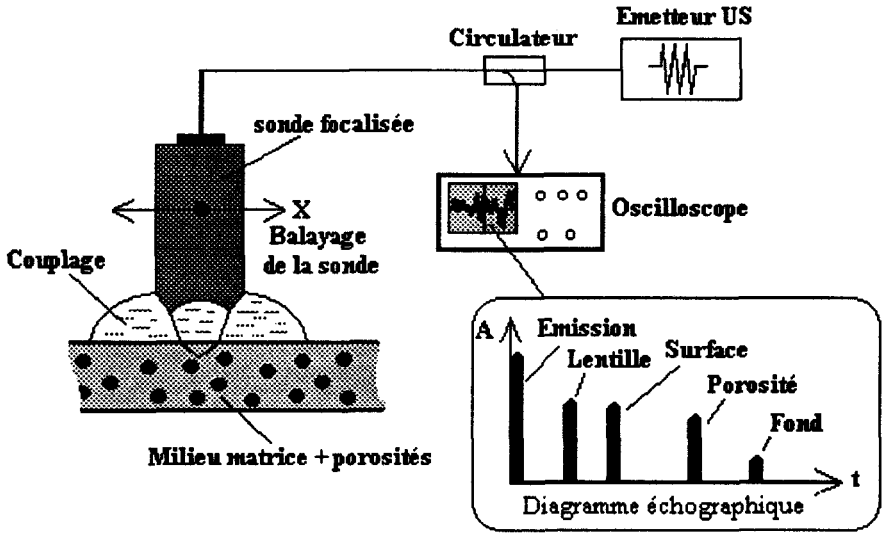


Figure II-29. Méthode des porosités réparties.

Lors du balayage, une porosité rencontrée par le faisceau acoustique donnera un écho réfléchi d'amplitude A, retardé par rapport à l'impulsion d'emission d'une quantité τ dépendant de la position de la porosité, des vitesses de propagation dans le milieu de couplage et dans le matériau examiné. Le relevé, au cours du balayage, de l'enveloppe $A(\tau)$ des échos réfléchis passe par un maximum qui correspond à la distance de focalisation du capteur sous la surface du matériau (figure II-30).

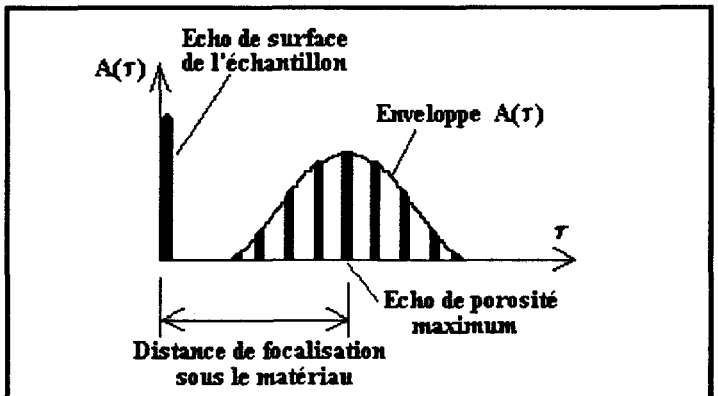


Figure II-30. Mesure de la distance de focalisation sous un matériau par la méthode des porosités réparties.

II-4 Méthodes interférométriques [ROY89]

L'objectif consiste à mesurer en un point d'une surface se déformant par un champ acoustique, la différence de marche entre un faisceau lumineux de référence et un faisceau lumineux se réfléchissant sur cette surface. Cette technique est applicable, soit à la caractérisation des sources, soit à la mesure de la répartition de pression à la surface d'un objet insonifié. Cette méthode étant très sensible, elle permet la mesure de très faibles déplacements (qq Å à qq dizaines Å).

On distingue trois types d'interféromètres:

- l'interféromètre de Michelson compensé
- l'interféromètre différentiel
- l'interféromètre hétérodyne

Quel que soit le type d'interféromètre envisagé, le principe reste le même. Les différents types sont caractérisés par la façon de compenser les fluctuations de phase parasites dues aux variations des chemins optiques de mesure **(S)** et de référence **(R)**. Ces fluctuations peuvent survenir pour des raisons diverses telles les différences de température et les dilatations mécaniques des différents éléments constitutifs.

De façon générale, l'onde lumineuse monochromatique, de pulsation Ω, se propageant dans le bras optique de mesure **(S)** et se réfléchissant sur la surface vibrante à analyser, est:

$$D_S = D_0.\exp[i.(\Omega t + \Phi_S + \varphi(t))]$$

Où Φ_S est la phase due au temps de parcours de l'onde dans le bras optique de mesure.

$\varphi(t)=2.K.u.\cos(\omega t+\varphi)$ est le déphasage dû à la vibration d'amplitude **u** de surface réfléchissante.

K est le module du vecteur d'onde optique.

L'interférométrie consiste à faire un battement entre D_S et un faisceau de référence D_R non perturbé:

$$D_R = D_0.\exp[i.(\Omega t + \Phi_R)]$$

Où Φ_R est la phase due au temps de parcours de l'onde dans le bras optique de référence.

Le battement des deux faisceaux donne sur la photodiode, un signal:

$$D_S = D_0.\exp[i.(\Phi_S - \Phi_R + 2.K.u.\cos(\omega t+\varphi))]$$

Les difficultés majeures résident dans les fluctuations des phases Φ_S et Φ_R dues aux problèmes évoqués précédemment (variations de température et vibrations mécaniques). Différents types d'interféromètres sont proposés et permettent de compenser les fluctuations de phases dans les branches optiques.

- <u>interféromètre de Michelson compensé</u> (figure II-31):

On retrouve une structure comparable à celle d'un interféromètre classique. Le miroir de la branche de référence **R** est monté sur une pastille piézo-électrique pilotée par la partie basse fréquence du signal issu du photodétecteur.

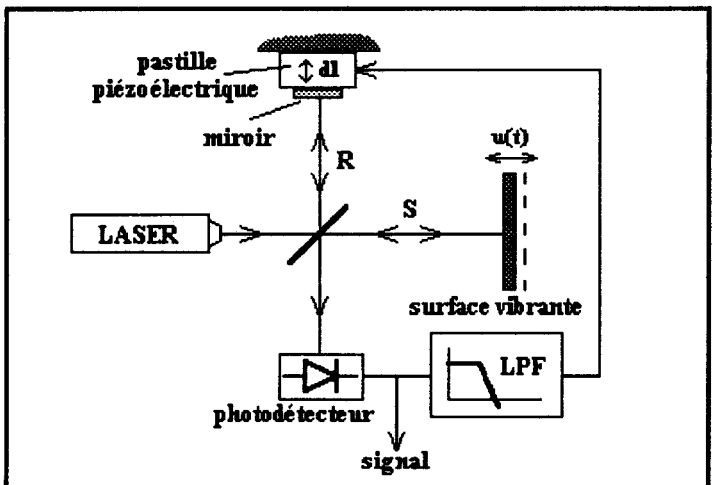


Figure II-31. Interféromètre de Michelson compensé.

Cette partie du spectre contient l'ensentiel du spectre des perturbations d'origine thermique et mécanique.

- <u>interféromètre différentiel</u> (figure II-32):

Les fluctuations basse fréquence et donc de grande longueur d'onde affectent en bloc le système. La phase de deux points voisins de la surface à analyser n'est donc pas affectée par ces fluctuations.

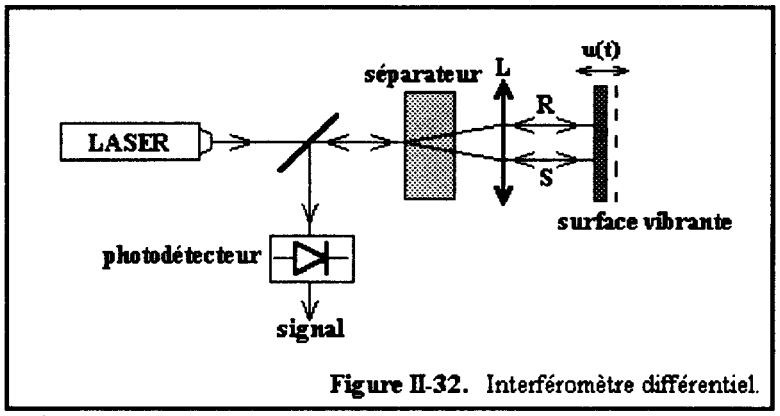


Figure II-32. Interféromètre différentiel.

L'idée est donc de comparer la phase de deux faisceaux parallèles **(R)** et **(S)** qui frappent la surface vibrante en deux points voisins.

- <u>interféromètre hétérodyne</u> (figure II-33):

Contrairement aux deux interféromètres présentés précédemment, qui sont du type homodyne, ce système propose une méthode hétérodyne en ce sens que le spectre de modulation de phase est décalé vers les radio-fréquences.

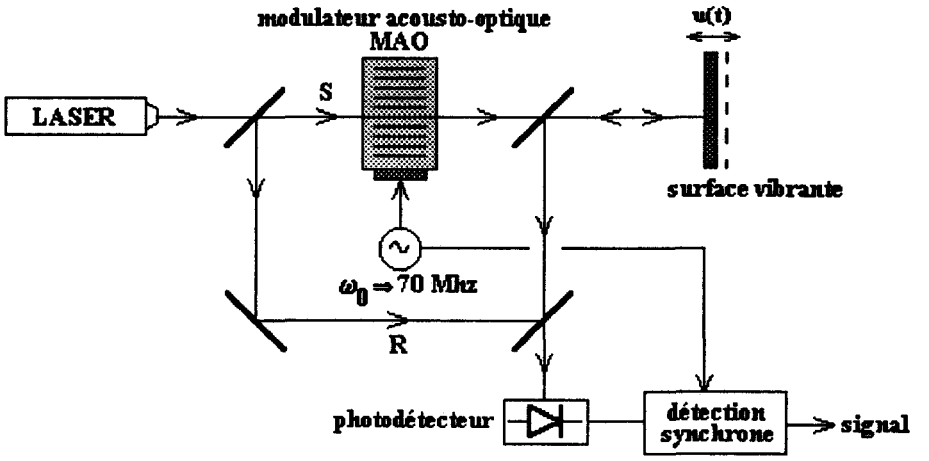


Figure II-33. Interféromètre hétérodyne.

Le faisceau de mesure est décalé en fréquence par un modulateur acousto-optique (70 MHz). L'ensemble du signal de battement sera donc centré sur cette fréquence. Les fluctuations parasites de phase sont ensuite éliminées électroniquement par détection cohérente. Initialement prévue pour l'étude des vibrations de la surface d'un transducteur, cette technique a été étendue à l'examen des faisceaux acoustiques **[JIA91]**. La surface vibrante est remplacée par une surface fixe parfaitement réfléchissante et le faisceau acoustique est placé entre celle-ci et le miroir semi-réfléchissant de sortie du modulateur acousto-optique. La phase de l'onde lumineuse est modifiée, lors de sa propagation, par les plans d'onde acoustique et est analysée par le procédé décrit précédemment (figure II-34).

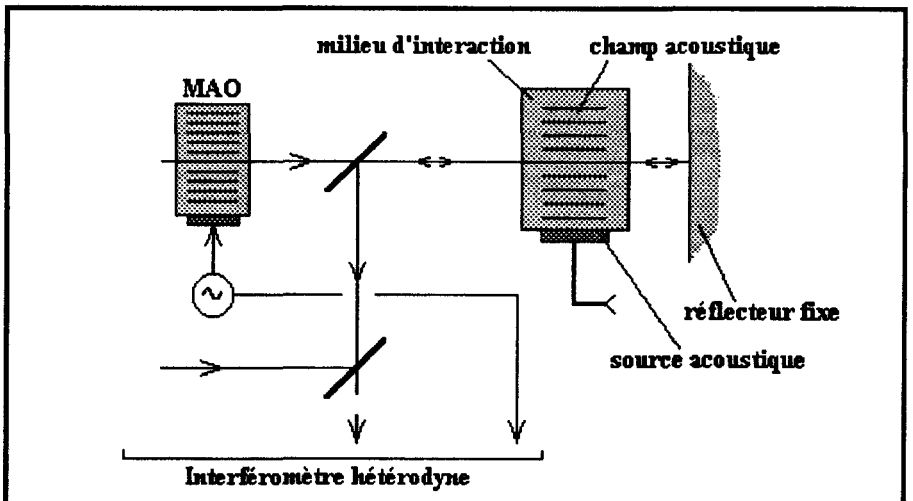


Figure II-34. Utilisation d'un interféromètre hétérodyne pour l'examen d'un faisceau acoustique.

II-5 Visualisation des champs acoustiques par interaction acousto-optique ou méthode Schlieren

II-5-1 Principe de base

L'idée de base de cette technique est de transférer l'information acoustique représentée par le champ de pression sur une onde lumineuse de façon à visualiser le champ ultrasonore émis par le capteur. Cette opération est rendue possible du fait que la phase de l'onde lumineuse va être modifiée lors de sa traversée dans le faisceau acoustique. On utilise pour ce faire, un milieu d'interaction qui, en matière de caractérisation des capteurs, est généralement de l'eau. L'annexe 2-4 donne une description plus détaillée du phénomène d'interaction acousto-optique.

La technique de visualisation des champs acoustiques ou méthode Schlieren utilise suivant l'étendue des sources et les fréquences de travail, soit le régime d'interaction de Bragg, soit le régime de Raman-Nath. Nous ne considèrerons ici que ce dernier (figure II-35).

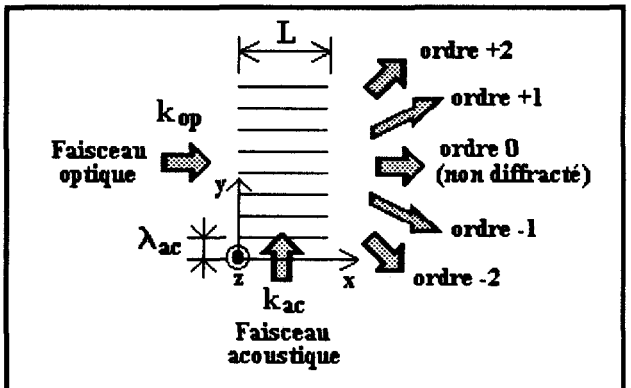


Figure II-35. Interaction en régime de Raman-Nath.

Ce régime s'accompagne de diffractions multiples avec changement de fréquence. L'amplitude et la fréquence de l'ordre diffracté **q** sont:

ordre q:

- amplitude: $D_0.J_q(-\alpha.k_0.S_m.L)$
- fréquence: $\omega_{op} + q.\omega_{ac}$

Où: ω_{op} est la pulsation de l'onde lumineuse.
ω_{ac} est la pulsation de l'onde acoustique.
k_0 est le nombre d'onde optique dans le vide.
S_m est l'amplitude de déformation maximale du milieu d'interaction.
L est la largeur de la zone d'interaction.
α est fonction de la puissance acoustique.
D_0 est l'amplitude de l'onde lumineuse incidente.
J_q est la fonction de Bessel de première espèce et d'ordre **q**.

L'intensité lumineuse diffractée est proportionnelle au carré de l'amplitude de l'ordre **q**:

$$I_q \approx J_q^2(-\alpha.k_0.S_m.L)$$

L'élimination de l'ordre 0 **(q=0)** représentant la lumière incidente, permet de ne visualiser que les ordres diffractés images de l'information acoustique.

II-5-2 Montage optique

Le montage optique de la méthode Schlieren est présenté à la figure II-36 Un faisceau de lumière cohérente est émis par une source Laser et est élargi par une lentille L0. Le faisceau est ensuite rendu parallèle par une lentille L1 avant la propagation dans le faisceau acoustique. A la sortie, l'ensemble des faisceaux (direct et ordres diffractés) est focalisé par une lentille L2. Une lame de couteau permet la supression de l'ordre 0 non diffracté. Cette technique élimine également les ordres -1, -2,.... (ou +1, +2,... suivant la position de la lame).

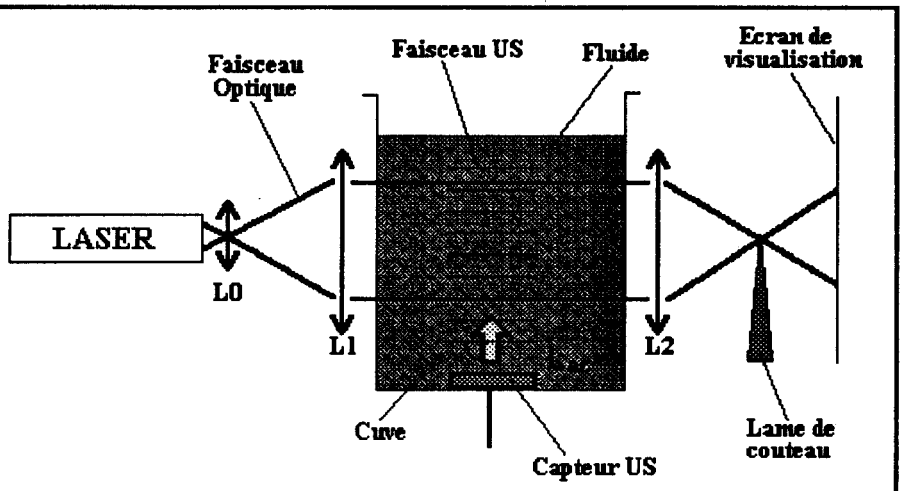


Figure II-36. Montage Schlieren pour la visualisation d'un champ ultrasonore dans un fluide.

Initialement utilisé pour l'investigation des faisceaux acoustiques en régime harmonique, ce principe a été étendu au régime impulsionnel **[HAN91]** lui permettant la visualisation des fronts d'onde et de leur propagation. Cette technique est rendue possible grâce à l'utilisation de sources lumineuses pulsées synchrones des impulsions acoustiques. L'utilisation conjointe de moyen de prise de vues et de numérisation vidéo permet d'analyser quantitativement l'intensité lumineuse diffractée, donc la puissance acoustique.

III- Mise en oeuvre pratique des capteurs focalisés

Nous avons présenté dans la première partie de ce chapitre, différents aspects fondamentaux dans la modélisation et la simulation des champs acoustiques. Notre travail a débouché sur la conception d'outils de simulation simples pemettant la caractérisation des champs de pression produits par des pistons circulaires (transducteurs) et par des dioptres sphériques (lentilles focalisantes) conduisant ainsi à une description complète d'un capteur focalisé.

Nous abordons ici, les aspects pratiques concernant la mise en oeuvre des capteurs focalisés et en particulier de celui que nous nous proposons d'utiliser dans le compteur de particules.

III-1 Relevés expérimentaux des champs

Le relevé de champ en haute-fréquence pose de sérieux problèmes quant à la taille des réflecteurs ponctuels à utiliser. Pour avoir une bonne résolution dans le relevé du champ, on doit employer un réflecteur d'une taille au moins égale au dixième de la longueur d'onde dans le milieu

de propagation (**d ≤ λ/10**). Par exemple, à **200 MHz** dans l'eau, la taille du réflecteur doit être **d ≤ 750 nm**. En plus des difficultés technologiques de réalisation et de manipulation de telles cibles, s'ajoute le fait que l'énergie réfléchie est très faible et peut donner un signal en dessous du niveau de bruit du capteur ou de l'électronique.

Si l'on ne peut pas relever le champ avec précision en chaque point de l'espace, on peut toutefois avoir une idée sur la profondeur de focalisation en utilisant un réflecteur parfait (poli optique). Cette technique permet une approche qualitative de la répartition de pression sur l'axe du capteur (champ longitudinal). La figure II-37 présente le montage utilisé pour réaliser cette manipulation. La méthode consiste à relever le niveau de l'écho réfléchi au point focal **V(z)** en fonction de la distance **z** du capteur par rapport à la surface réfléchissante.

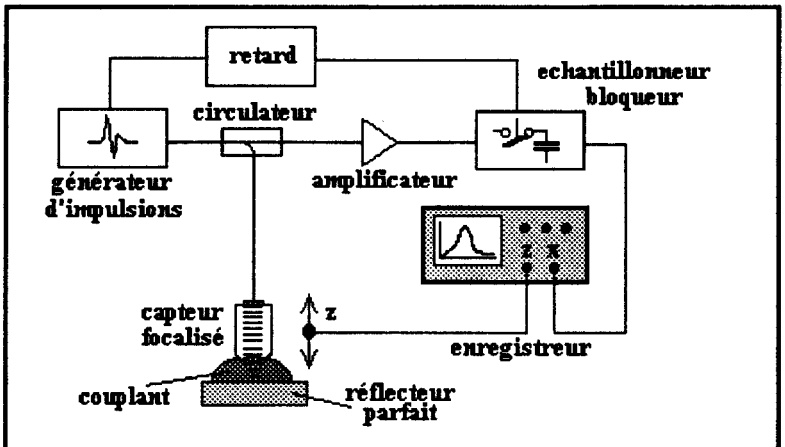


Figure II-37. Système utilisé pour le relevé du champ axial.

La figure II-38 présente les résultats obtenus par cette technique pour notre capteur focalisé de **0,5 mm** de rayon de courbure, d'ouverture **60°** et travaillant à la fréquence centrale de **200 MHz**.

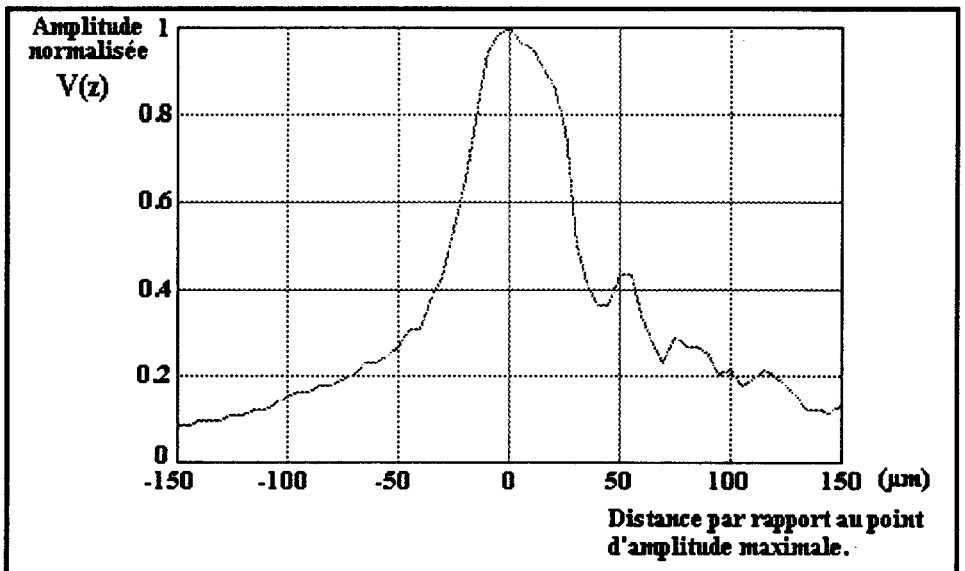


Figure II-38. Relevé expérimental du profil du champ sur l'axe à l'aide d'un réflecteur plan parfait (sonde 0.5mm-200 MHz).

Pour la répartition axiale du champ (répartition autour de l'axe de propagation), la technique de la lame de couteau a été utilisée. Du point de vue électronique, le montage est identique à celui du relevé longitudinal comme le montre la figure II-39.

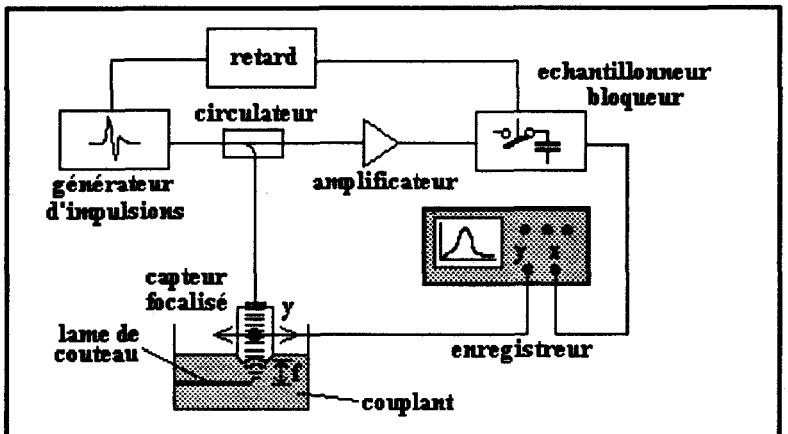


Figure II-39. Système utilisé pour le relevé du champ radial.

Le profil du champ est obtenu en déplaçant la sonde parallèlement au rebord d'une lame effilée et en relevant le niveau de l'écho réfléchi au point focal $V(y_0)$ en fonction de la distance y_0 du capteur par rapport à une position **0** de référence, en dehors de la lame. La tension mesurée, en fonction de la position y_0 de la lame de couteau prend la forme suivante:

$$V(y_0) = K.\int_0^{y_0}\int_0^{x_0(y_0)} A(x,y).dx.dy$$

Où $A(y_0)$ est l'amplitude réfléchie par la lame de couteau à la position y_0.

La fonction $V(y_0)$ est interpolée puis dérivée numériquement de façon à obtenir la répartition de champ approchée $A(y_0)$ autour de l'axe dans le plan focal. La figure II-40 montre le profil obtenu dans le cas de notre capteur.

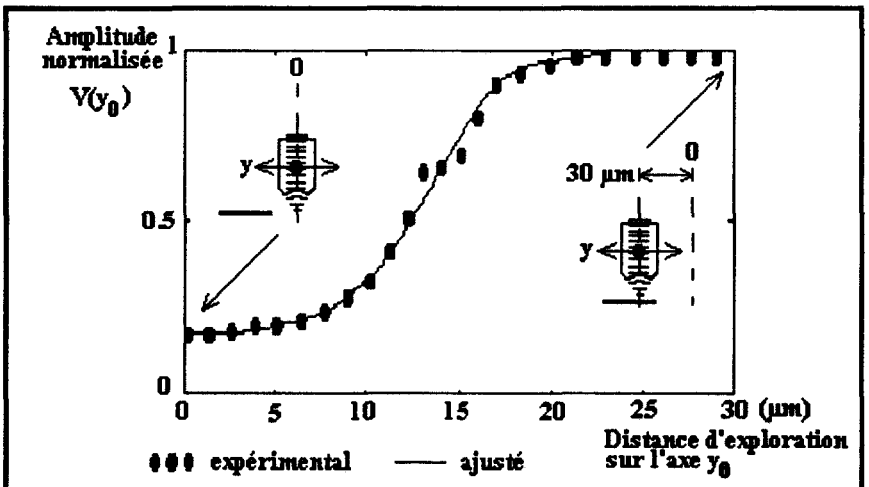


Figure II-40. Relevé expérimental du profil du champ radial à l'aide d'une lame de couteau (sonde 0.5mm-200 Mhz).

Il faut noter que les caractéristiques mesurées à **-6dB** sur les graphes correspondent en fait aux caractéristiques du faicseau à **-3dB** du fait que les différents relevés sont réalisés en réflexion.

Les valeurs mesurées expérimentalement à **-6dB** en réflexion donnent:

- distance focale: $f_{exp} \cong 600\ \mu m$
- largeur foyer à -6dB: $W_{exp} \cong 9\ \mu m$
- profondeur de champ à -6dB: $P_{exp} \cong 50\ \mu m$

La mesure de la largeur de la tache focale W_{exp} donne une valeur en bon accord avec celle que l'on est en droit d'attendre. En effet, pour un indice de réfraction élevé, qui correspond au cas d'une interface corindon-eau (**n=7,2**) et pour une grande ouverture (θ_{max}=60°), la largeur du faisceau doit être proche de la longueur d'onde dans le milieu de propagation qui, dans le cas de l'eau et à **200 MHz**, est de **7,5 µm**. Par contre, la mesure de la profondeur de champ ou résolution longitudinale donne une valeur excessive par rapport à celle prévue par le calcul théorique qui, rappelons le, était de **19,5 µm**. Celà peut être du à différents défauts au niveau du capteur tels que des défauts de géométrie, de taille de constact,... D'autre part, des incidences de **±60°** correspondant à l'ouverture de la lentille engendrent des phénomènes d'ondes de surface au niveau du réflecteur rayonnant dans le milieu de couplage et perturbant la mesure. Ce phénomène est illustré par les modulations que l'on retrouve sur le relevé du champ longitudinal de la figure II-41.

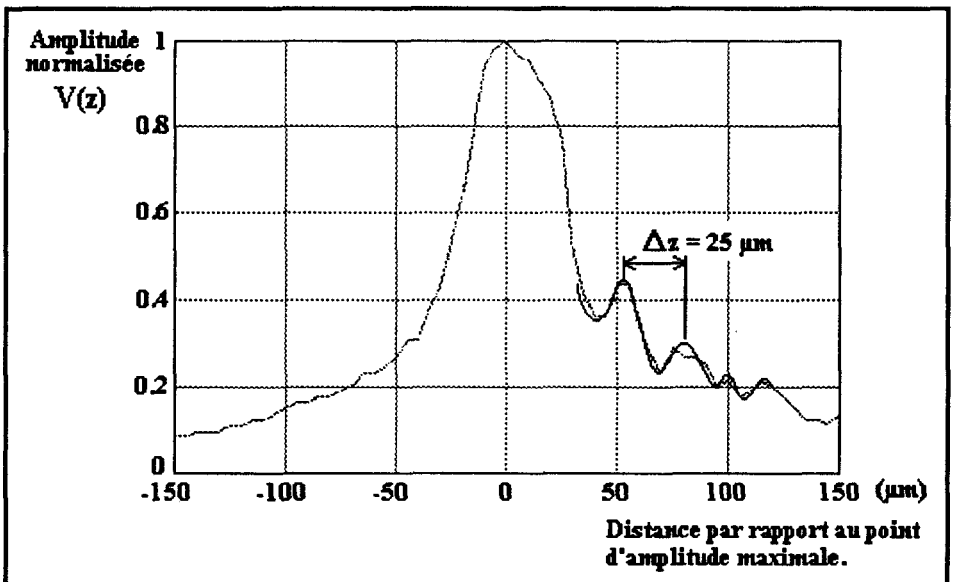


Figure II-41. Modulations dans le relevé du champ sur l'axe.

Nous travaillons avec un réflecteur en aluminium sur lequel a été réalisé un poli optique. Une onde frappant la surface réfléchissante avec un angle d'incidence particulier θ_R ou angle critique, va générer une onde dite onde de Rayleigh se propageant à la surface du matériau (figure II-42). Cette onde interfère avec les autres faisceaux incidents et produit les modulations observées sur le relevé de la figure II-41. Dans le cas d'une interface eau/aluminium, l'angle critique de Rayleigh est donné par:

$$\theta_R = \mathrm{Arcsin}(v_{eau}/v_{Rayleigh}) = 31{,}1\ °$$

Cette valeur montre que dans le cas d'une ouverture de ±60°, une onde de Rayleigh est générée à la surface du réflecteur. La distance entre deux maxima sur le relevé **V(z)** est donnée théoriquement par **[GRO85]**:

$$\Delta z = \lambda_{eau}/[2.(1-\cos(\theta_R))]$$

Soit Δz = **26 µm** à **200 MHz**. Nous retrouvons cette valeur expérimentalement par lecture sur le graphe: ≅**25 µm**.

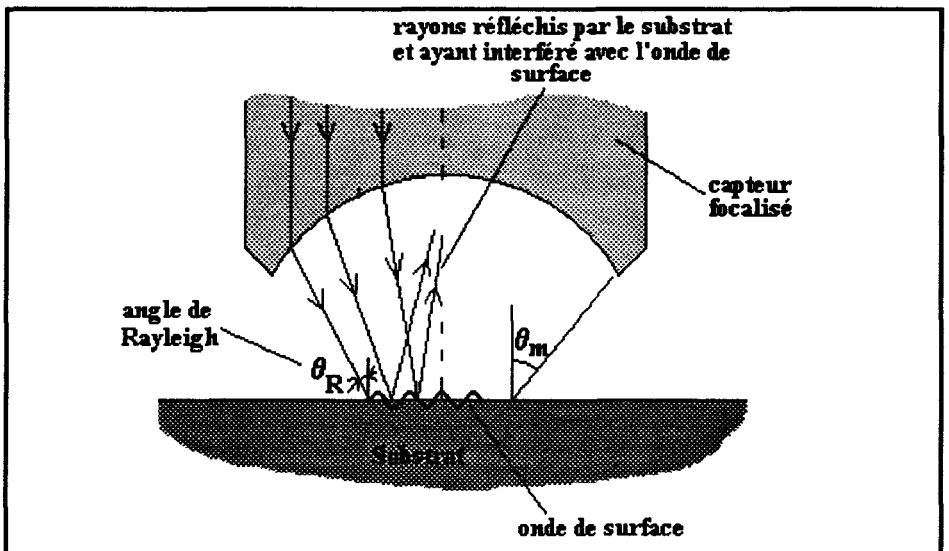


Figure II-42. Interaction de l'onde réfléchie avec l'onde de Rayleigh lors du relevé de champ à l'aide d'un réflecteur plan.

III-2 Bilan des pertes du capteur

De façon à caractériser notre capteur d'un point de vue énergétique, on se propose, dans ce paragraphe, d'établir de manière simplifiée le bilan des pertes que subit l'énergie acoustique lors de sa propagation dans les différentes parties du système de focalisation.

En reprenant les éléments présentés sur la figure II-1, on peut dresser une liste des différentes pertes mises en jeu:

- P_d^1: Pertes par diffraction dans la ligne à retard (milieu 1). La diffraction à pour effet de faire diverger le faisceau acoustique dans la ligne à retard et donc de diminuer la puissance acoustique disponible sur la lentille.

- $P_\alpha 1$: Pertes de propagation dans la ligne à retard. Ces pertes sont dues aux effets de l'atténuation de l'onde ultrasonore par le matériau.

- P_T^{12}: Pertes de transmission au passage du dioptre. La rupture d'impédance entre le milieu constituant la ligne à retard (milieu 1)et le milieu de propagation (milieu 2) provoque la réflexion d'une partie de l'énergie qui ne sera pas rayonnée dans le milieu de propagation. De plus, la sphéricité de l'interface provoque des conversions de modes et notamment une conversion longitudinale-transversale qui dimininue encore l'énergie transmise. Le coefficient de transmission au passage du dioptre permet de prendre en compte ces deux phénomènes.

- $P_\alpha 2$: Pertes par atténuation dans le milieu de propagation.

- P_c: Pertes de conversion électro-acoustique au niveau du transducteur.

Nous allons détailler l'ensemble de ces pertes afin de déterminer le bilan énergétique global du capteur.

III-2-1 Pertes par diffraction dans la ligne à retard

Les phénomènes de diffraction dans la ligne à retard ont tendance à faire diverger le faisceau au cours de sa propagation. On considère un transducteur de rayon **a** produisant un faisceau ultrasonore de divergence acoustique à 3dB (figure II-43):

$$\theta_{-3dB} = \lambda_1/2.a$$

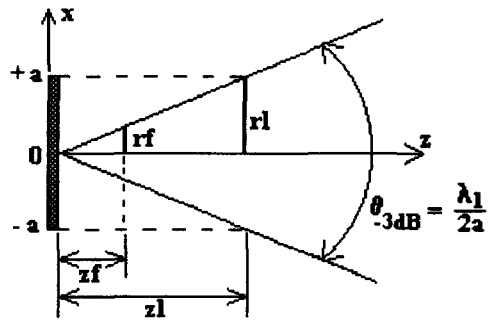


Figure II-43. Divergence du faisceau acoustique due à la diffraction.

La description du champ produit par un piston circulaire a mis en évidence différentes zones:

* $0 < z < a^2/\lambda_1$: champ proche ou zone de Fresnel.
* $z > a^2/\lambda_1$: champ lointain ou zone de Fraunhofer.

Nous avons également vu que le faisceau commençait à diverger à partir de la distance z_f du transducteur. A cette distance, le faisceau supposé circulaire a un rayon r_f :

$$r_f = z_f.(\theta_{-3dB}/2) = a/4$$

Le dioptre, de rayon de courbure égal à **0,5 mm** et d'ouverture **60°**, est placé à une distance $2.z_f$ du transducteur faisant également **0,5 mm** de rayon. Il interceptera donc la totalité du faisceau (à 3 dB près). Les pertes par diffraction sont donc négligeables.

III-2-2 Pertes de propagation dans la ligne à retard

L'atténuation dans la ligne à retard peut être négligée à **200 MHz**. En effet, on donne pour le corindon une atténuation de **0,7 dB/cm à 1 GHz** soit **$2,8.10^{-3}$ dB/mm** à **200 MHz**.
D'où:

$$P_\alpha 1 \cong 0$$

III-2-3 Pertes par transmission au passage du dioptre

On peut estimer les pertes de transmission maximales au passage du dioptre en utilisant le coefficient de transmission en amplitude de potentiel présenté auparavant:

$$T_\Phi(\theta) = \frac{2\rho_1 \operatorname{cotg}\theta \operatorname{cotg}\theta_{tr}}{\rho_2(1 + \operatorname{cotg}\theta \operatorname{cotg}\theta_{tr}) - \rho_1(\cos 2\theta_{tr} - \sin 2\theta_{tr} \operatorname{cotg}\theta - \operatorname{cotg}\theta_{tr} \operatorname{cotg}\theta_{lt})}$$

Les pertes de transmission sont maximales pour un coefficient de transmission minimum. Ce cas se produit pour un rayon incident dans le ligne à retard à l'angle $\theta=\theta_{max}=60°$ (ouverture de la lentille). Les angles θ_{tr} et θ_{lt} (transversal réfléchi de vitesse v_{tr} et longitudinal transmis de vitesse v_{lt} respectivement) sont calculés à partir des lois de Descartes:

$$\theta_{tr} = \operatorname{asin}[\,(v_{tr}/v_{li}).\sin(\theta_{max})\,]$$

$$\theta_{lt} = \operatorname{asin}[\,(v_{lt}/v_{li}).\sin(\theta_{max})\,]$$

Pour une interface corindon-eau, on a:

$$v_{tr} = 6417 \text{ m/s}$$
$$v_{lt} = 1500 \text{ m/s}$$
$$v_{li} = 10802 \text{ m/s}$$
$$\rho_1 = 3986 \text{ kg/m}^3$$
$$\rho_2 = 1000 \text{ kg/m}^3$$

Ce qui conduit à:

$$\theta_{tr} = 31°$$
$$\theta_{lt} = 7°$$

Le calcul du coefficient de transmission en amplitude de potentiel donne pour $\theta=60°$:

$$T_\Phi = 0{,}14$$

D'autre part, il est connu que le coefficient de transmission en énergie T_E est donné en fonction de T_Φ par:

$$T_E = \frac{Z_2}{Z_1} \cdot \left[\frac{v_{li}}{v_{lt}}\right]^2 \cdot \frac{\cos(\theta_{lt})}{\cos(\theta)} \cdot T_\Phi^2$$

Où Z_1 et Z_2 sont les impédances acoustiques de la ligne à retard et du milieu de propagation.

Le calcul numérique donne: $T_E = 6{,}64.10^{-2}$

Soit une perte de: $P_T{}^{12} \cong -12$ dB.

A titre d'illustration, on pourra comparer cette valeur à celle obtenue dans le cas d'une incidence normale:

$$T_{En} = 4.Z_1.Z_2/[Z_1+Z_2]^2 = 0,13$$

Soit environ **9 dB**.

III-2-4 Pertes par atténuation dans le milieu de propagation

Dans l'eau, l'atténuation communément admise est de **220 dB/mm à 1GHz** soit **8,8 dB/mm à 200 MHz**. Pour un parcours dans l'eau correspondant à la distance focale soit environ **0,5 mm**, les pertes correspondantes valent donc:

$$P_\alpha 2 = 4,4 \text{ dB}$$

III-2-5 Pertes de conversion électro-acoustique

Nous nous proposons d'évaluer, à l'aide d'un schéma électrique équivalent, les pertes de conversion d'énergie électrique en énergie mécanique. Un transducteur piézoélectrique peut être représenté par un circuit électrique équivalent tel qu'il est montré sur la figure II-44 **[AULD]**.

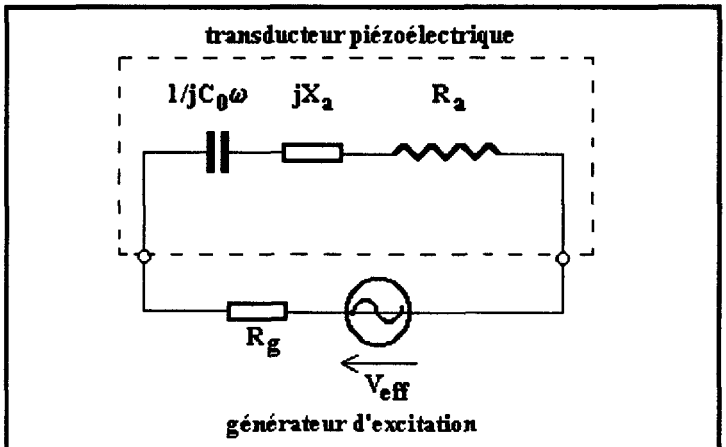


Figure II-44. Schéma électrique équivalent d'un transducteur piézoélectrique mince.

Où C_0 est la capacité statique du transducteur: $C_0 = \varepsilon S/e$

ε est la permittivité diélectrique du matériau piézoélectrique.

$$\varepsilon = 40.\varepsilon_0 \quad \text{avec} \quad \varepsilon_0 = 10^{-9}/36.\pi$$

S est la surface active du transducteur.

e est l'épaisseur du transducteur.

$\mathbf{R_a}$ est la résistance de rayonnement qui caractérise la conversion d'énergie électrique en énergie mécanique dans le cristal piézoélectrique:

$$R_a = \frac{4}{\pi} \cdot \frac{Z_T}{Z_C} \cdot \frac{k^2}{\omega_0 C_0}$$

$\mathbf{Z_T}$ est l'impédance acoustique du transducteur.
$\mathbf{Z_C}$ est l'impédance acoustique du milieu de propagation (corindon).

Le transducteur est alimenté par un générateur de force électromotrice $\mathbf{V_{eff}}$ et d'impédance interne $\mathbf{R_g}$. Les pertes de conversion sont définies par le rapport entre la puissance électrique maximale disponible sur le générateur, c'est-à-dire lorsque celui-ci débite sur une charge adaptée:

$$P_{emd} = V^2_{eff}/4.R_g$$

et la puissance élastique générée dans le cristal piézoélectrique. Celle-ci est égale à la puissance dissipée dans la résistance de rayonnement:

$$P_{elast} = R_a.I^2_{eff}$$

Avec:

$$I^2_{eff} = V^2_{eff}/[R_a+R_g]^2$$

D'où les pertes de conversion:

$$\eta = (R_a+R_g)^2/4.R_a.R_g$$

A la fréquence de résonance $e=\lambda/2$, la résistance de rayonnement s'écrit:

$$R_a = \frac{Z_T}{Z_C} \cdot \frac{k^2}{\pi^2} \cdot \frac{V_T}{\varepsilon.S.f_0^2}$$

Où $\mathbf{V_T}$ est la vitesse de propagation des ondes longitudinales dans le matériau piézoélectrique.
$\mathbf{f_0}$ est la fréquence de résonance du transducteur.

Les données numériques correspondant à notre situation sont:

$Z_T = 34{,}8.10^6$ kg/m²s
$V_T = 7400$ m/s
$Z_C = 43{,}2.10^6$ kg/m²s
$S = \pi(0{,}5.10^{-3})^2 = 785.10^{-9}$ m²
$f_0 = 200$ MHz
$\varepsilon = 40.\varepsilon_0 = 353{,}7.10^{-12}$
$k = 0{,}49$ pour le Niobate de Lithium dans la coupe considérée.

Soit: $R_a \cong 13\ \Omega$

Pour un générateur de résistance interne R_g=50Ω, nous trouvons:

$$\eta \cong 1{,}53$$

Soit les pertes de conversion théoriques en décibels:

$$P_c = 10.\log_{10}(\eta) \cong 4{,}2 \text{ dB}$$

III-2-6 Pertes globales du capteur - Mesures expérimentales

Nous pouvons dès à présent, évaluer les pertes théoriques globales P_{Gth} du capteur acoustique en notant que toutes les grandeurs calculées précédemment doivent être doublées, compte-tenu que le système travaille en réflexion. Nous devons ajouter aux pertes précédentes, les pertes par réflexion à l'interface eau/verre P_r = **4,5 dB** utilisé pour la mesure:

$$P_{Gth} = 2.(P_d^1 + P_\alpha 1 + P_\alpha 2 + P_T^{12} + P_c) + P_r \cong 46 \text{ dB}$$

avec: $P_\alpha 1 \cong 0$

$P_d^1 \cong 0$

Nous avons mesuré les pertes globales P_{Gexp} du capteur à l'aide d'une émission découpée à la fréquence de **200 MHz** par réflexion sur une lame de verre. Nous obtenons par cette technique:

$$P_{Gexp} \cong 53 \text{ dB}$$

La valeur obtenue est légèrement supérieure à celle calculée théoriquement mais constitue tout de même un bon ordre de grandeur. Cette différence peut avoir diverses origines telles que la qualité du collage du transducteur sur la ligne à retard et la taille du contact réalisé.

IV- Conclusion

Nous avons examiné dans ce chapitre, différents aspects de la caractérisation des champs acoustiques produits par un capteur. Dans un premier temps, nous avons entrepris les simulations du champ produit par un transducteur circulaire plan travaillant en mode piston par discrétisation de l'intégrale de Rayleigh-Sommerfeld.

Ce travail nous a permis de mettre en évidence un certain nombre de caractéristiques intéressantes, notamment en ce qui concerne les dimensions du faisceau en fonction de la distance à la source.

Nous avons étendu cette technique au calcul du champ produit par une lentille focalisante. L'étude précédente nous a permis de prendre en compte la répartition de pression complexe sur le dioptre afin de déterminer le champ focalisé. Cette simulation directe de l'intégrale de Rayleigh-Sommerfeld pour un système focalisé, pour une géométrie sphérique, a donné des résultats en bon accord avec l'expérience mais a montré également la nécessité d'un calcul d'une durée prohibitive du fait du rapport **a/λ** très élevé, sachant que ce rapport conditionne un bon échantillonnage de la source.

Pour cette raison, nous avons présenté une autre technique basée sur la décomposition du champ en ondes planes. Deux méthodes ont été abordées. La première est basée sur le calcul du

champ à l'infini pour une géométrie cylindrique et la seconde, sur une forme particulièrement simple de la décomposition en ondes planes: la transformée de Hankel. Nous avons attaché une importance particulière à cette dernière du fait de son élégance. En effet, cette transformation permet de ramener le calcul d'un transformée de Fourier bidimensionnelle (spectre angulaire) à une intégrale simple dans le cas de champs à symétrie circulaire. Cette formulation a permis d'obtenir des résultats comparables à ceux obtenus par Rayleigh-Sommerfeld, mais avec un temps de calcul considérablement réduit (facteur 10 à 20).

Nous avons ensuite présenté, dans une deuxième partie, un ensemble de méthodes d'investigation expérimentale des champs acoustiques qui doivent permettre aux concepteurs une caractérisation tant qualitative que quantitative de leurs capteurs. Nous avons également mis en évidence que certaines de ces méthodes, bien que de mise en oeuvre aisée en basses fréquences (<50MHz), posent d'énormes difficultés technologiques en hautes fréquences.

Dans la troisième partie, nous présentons enfin les techniques utilisées pour la caractérisation des capteurs ainsi qu'un bilan energétique complet de ceux-ci permettant de quantifier les pertes globales du composant acoustique utilisé dans notre compteur de particules.

Dans le troisième chapitre, nous abordons la description du principe de comptage acoustique de particules par ultrasons focalisés en haute fréquence ainsi que la description du prototype qui en a découlé et qui a été réalisé au sein de notre laboratoire.

Chapitre 2

Bibliographie

[AULD] B.A. Auld
"Acoustic fields and waves in solids".
Wiley-Interscience.

[DEL79] B. Delannoy
"Reconstruction d'images acoustiques par échantillonnage et correction de phase".
Thèse de Doctorat d'Etat.1979.
Université de Valenciennes et du Hainaut Cambraisis.

[DEV89] D. De Vadder, A. Lhémery
"A new standart reflector for the characterization of ultrasonic beams".
12th World Conference of Non-Destructive Testing, 1989.

[GOO] J.W. Goodman
"Introduction à l'optique de Fourier et à l'holographie".
Masson.

[GRO85] J. Grosmaire
"Applications de la microscopie acoustique à l'étude des propriétés physiques des matériaux".
Thèse de Docteur Ingénieur. 1985.
Université de Valenciennes et du Hainaut Cambraisis.

[HAN91] A. Hanafy, C.I. Zanelli
"Quantitative real-time pulsed Schlieren imaging of ultrasonic waves".
Ultrasonics Symposium, p1223-1227, 1991.

[JIA91] X. Jia, G. Quentin, M. Lassoued, J. Berger
"Quantitative measurement of ultrasonic pressures with an optical heterodyne interferometer".
Ultrasonics Symposium, p1137-1140, 1991.

[KUN] Kunt
"Traitement numérique des signaux".
Traité d'électricité, d'électronique et d'électrotechnique.
Dunod.

[NON78] B. Nongaillard
"Etude de systèmes de microscopie acoustique".
Thèse 3° cycle. 1978.
Université de Paris 6 et de Valenciennes et du Hainaut Cambraisis.

[NON90] B. Nongaillard
"Ondes ultrasonores focalisées de haute fréquence - Applications au contrôle non destructif".
Thèse d'habilitation. 1990.
Université de Valenciennes et du Hainaut Cambraisis.

[PER] J. Ph. Perez
"Optique matricielle et ondulatoire".
Masson.

[ROY89] D. Royer
"Emission et détection des ondes ultrasonores par faisceau Laser".
1° Ecole d'hiver. "Evaluation non-destructive des matériaux par ultrasons".
Mars 1989. Canterets.

[SHA64] H.J. Shaw, D.K. Winslow, A. Karp, R.A. Wilson
"Attenuation of hypersonic waves in Sapphire and Rutile at 2.8 Gc/s and room temperature".
Applied Physics Letters, vol. 64, n° 2, p28-30, 1964.

[SIE77] A.E. Siegman
"Quasi fast Hankel transform".
Optics Letters, vol. 1, n° 1, 1977.

[SLI90] A. Sliwinski
"Acousto-optics and its perspectives in research and applications".
Ultrasonics, vol. 28, p195-213, 1990.

[ZEM70] J. Zemanek
"Beam behavior within the nearfield of a vibrating piston".
JASA, p181-191, 1970.

CHAPITRE III

Comptage de particules par ultrasons focalisés en haute fréquence

- Chapitre 3 -

Comptage de particules par ultrasons haute fréquence focalisés

Introduction

Après avoir, au cours du premier chapitre, fait le tour des différentes méthodes de comptage et de granulométrie et présenté le principe de comptage sur lequel s'est porté notre choix, nous avons décrit, dans le deuxième chapitre, les différents outils permettant de caractériser les sources acoustiques tant du point de vue théorique qu'expérimental. Nous nous proposons, dans ce troisième chapitre, d'examiner le principe du comptage de particules par ultrasons focalisés en haute fréquence.

Mis à part les techniques de microscopie optique qui constituent un cas particulier, nous avons vu au cours du premier chapitre que tous les systèmes de comptage ou de granulométrie basés sur une méthode unitaire nécessitaient la circulation de la suspension dans une tubulure externe. Ce circuit est généralement constitué d'un capillaire calibré et d'une pompe de circulation permettant de contrôler le débit d'écoulement de la suspension devant le détecteur. Afin de minimiser les problèmes de coïncidence ou d'obstruction, la taille des capillaires doit être adaptée aux granulométries. Outre le système de comptage de type Coulter, les autres techniques unitaires utilisent des sources lumineuses qui ne permettent pas le contrôle des suspensions opaques.

Le système que nous proposons constitue une solution tout à fait originale, en ce sens que le comptage se fait directement dans le volume de l'échantillon sans circuit de circulation qui, par sa constitution même, nécessite une technique de prélévement. Dans une certaine gamme de concentrations, il n'est pas nécessaire d'effectuer de dilutions afin d'abaisser la concentration en particules, comme cela est souvent nécessaire dans les autres systèmes de comptage. La technique acoustique utilisée ne nécessite pas non plus l'utilisation de substances additives destinées à faciliter la détection des particules, telles qu'un électrolyte dans le cas du comptage par système Coulter ou de substances fluorescentes dans le cas de certains types de compteurs optiques.

Ce chapitre est essentiellement organisé en deux parties. Après avoir présenté le principe fondamental du comptage par ultrasons haute fréquence focalisés, nous développerons le principe de base qui a motivé le développement d'un tel appareil dont nous montrerons également les deux modes de fonctionnement. Dans une deuxième partie, nous décrirons de façon détaillée le prototype de compteur que nous avons réalisé, tant sur le plan matériel que sur celui du logiciel qui revêt une place particulièrement importante dans ce système.

I- Comptage de particules à l'aide d'ultrasons haute fréquence focalisés

I-1 Principe fondamental du comptage de particules

L'idée de base consiste à utiliser des ondes ultrasonores en haute fréquence produites par un transducteur piézoélectrique. Ce transducteur génère un faisceau d'ondes élastiques planes dans

une ligne de propagation faisant office de ligne à retard et à l'extrémité de laquelle est taillé un dioptre sphérique permettant la focalisation du faisceau acoustique (figure III-1).

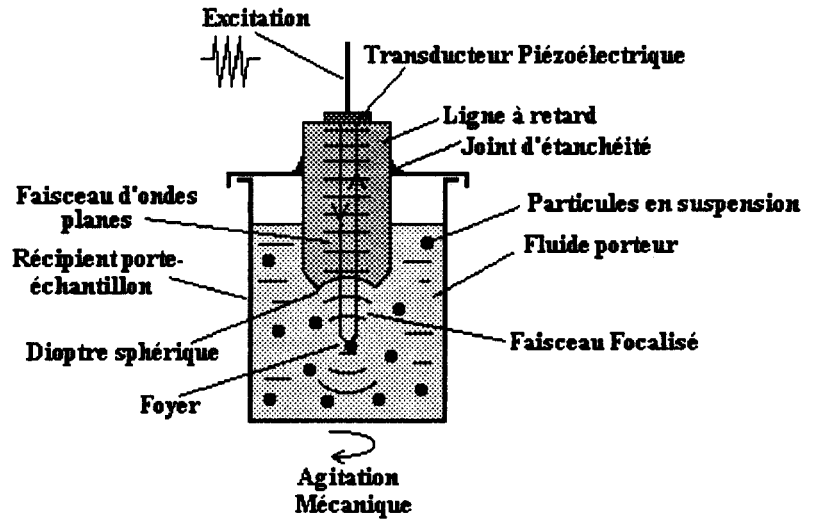


Figure III-1. Principe fondamental du comptage ultrasonore de particules.

L'élément piézoélectrique convertit l'excitation électrique en une vibration mécanique qui se propage dans la ligne à retard et qui est focalisée par le dioptre. Le passage dans le foyer du capteur d'une particule d'impédance acoustique différente du milieu fluide environnant entraine la réflexion d'une partie de l'onde incidente. Celle-ci est collectée par l'élément piézoélectrique et reconvertie en un signal impulsionnel retardé par rapport à l'émission.

Le comptage acoustique proposé, repose simplement sur la détection et le dénombrement de ces impulsions pendant un intervalle de temps donné.

I-2 Calcul élémentaire du flux de particules à travers une surface

Nous reprenons ici, le calcul du flux de particules à travers une surface, calcul classique en théorie cinétique des gaz **[NGÔ]**. Cette relation nous permettra d'évaluer le flux de particules traversant le foyer du capteur.

Supposons que l'on sépare l'espace en deux parties **1** et **2** par une paroi plane imaginaire et considérons un élément de surface δS de cette paroi. La figure III-2 présente la géométrie du problème.

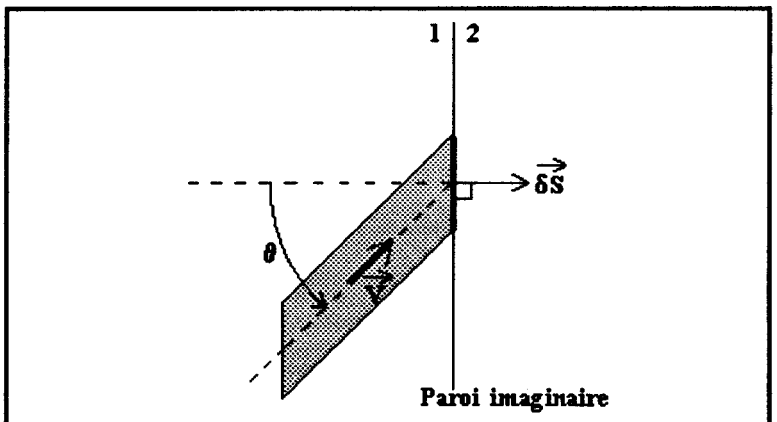


Figure III-2. Géométrie adoptée pour le calcul du flux de particules à travers une surface.

Un ensemble de particules animées d'une vitesse **v** traverse l'élément de surface **δS**. La vitesse fait un angle **θ** avec la normale à la surface. Les particules qui traverseront l'élément de surface entre les instants **t** et **t+δt** sont celles qui, à l'instant **t**, sont contenues dans un cylindre oblique de base **δS** et de génératrice **v.δt**. Le volume de ce cylindre est évidemment:

$$\delta V_c = v.\cos(\theta).\delta t.\delta S$$

Les particules extérieures à δV_c ne traverseront pas la surface **δS**. Soit n_θ la densité volumique de particules (nombre de particules par unité de volume) susceptibles de remplir les conditions précédentes. Le nombre de particules **δn** qui traverseront **δS** est alors donné par:

$$\delta n = n_\theta.v.\cos(\theta).\delta t.\delta S$$

et le flux de particules par unité de temps:

$$\delta\Phi = \delta n/\delta t = n_\theta.v.\cos(\theta).\delta S$$

Cette dernière expression représente le flux du vecteur densité de courant de particules à travers l'élément de surface **δS**:

$$\delta\Phi = \vec{J}.\vec{\delta S}$$

avec: $\vec{J} = n_\theta.\vec{v}$ — $\vec{J}$: vecteur densité de courant de particules.

$\vec{\delta S} = \vec{s}.\delta S$ — $\vec{s}$: vecteur unitaire normal à **δS**.

En fait, **δΦ** ne représente que la contribution de la direction particulière **θ**. De façon à calculer la contribution totale, nous devons intégrer sur le demi-espace. De façon à rendre possible le calcul, on assimile le cylindre à une portion de cône puisque **δS** est infiniment petite. Cette portion de cône est construite à partir de deux cônes d'angles au sommet **θ** et **θ+dθ** et d'angle à la base **dΨ**. La figure III-3 montre la géométrie du problème.

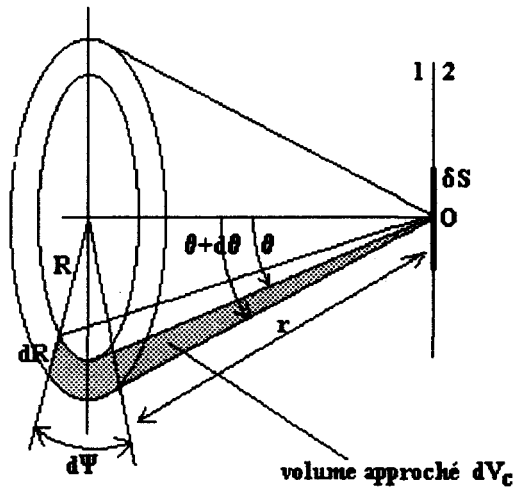


Figure III-3. Géométrie du calcul de la contribution du demi-espace 1 au flux de particules traversant la surface.

Dans ce cas, n_θ est la densité volumique de particules dans l'angle solide $d\Omega$ défini par le tronçon de cône considéré. La densité volumique totale de particules par unité d'angle solide est:

$$n/\Omega_t = n/4\pi$$

et dans l'angle solide $d\Omega$:

$$n_\theta = n.(d\Omega/4\pi)$$

Où **n** est la densité volumique de particules dans le milieu.

L'angle solide élémentaire $d\Omega$ se calcule facilement à partir de la définition:

$$d\Omega = \sin(\theta).d\theta.d\Psi$$

Ce qui permet d'obtenir le flux de particules par unité d'angle solide:

$$\delta\Phi = \delta n/\delta t = (n.v.\cos(\theta).\sin(\theta).\delta S.d\theta.d\Psi)/4\pi$$

Le flux de particules passant du demi-espace 1 au demi-espace 2 s'obtiendra en intégrant sur ce demi-espace avec Ψ variant de **0** à 2π et θ de **0** à $\pi/2$.

$$\Phi_t = \frac{n.v.\delta S}{4\pi} \int_0^{2\pi}\int_0^{\pi/2} \cos(\theta).\sin(\theta).d\theta.d\Psi$$

Soit finalement:

$$\Phi_t = \frac{n.v.\delta S}{4}$$

En ce qui nous concerne, les seules particules détectées seront celles qui traverseront un volume, supposé cylindrique, de base égale à **(W+d)**, où **W** est le diamètre de la tache focale et **d** le diamètre de la particule, et de hauteur **P** égale à la profondeur de champ du capteur. On se reportera à la figure III-4 qui précise la définition du volume de détection envisagé. En supposant que les particules ne traversent ce volume que par la face latérale du cylindre, le flux s'écrira:

$$\Phi_t = \frac{\pi.(W+d).P}{4} n.v = K.n.v$$

Où **K** est une constante caractéristique du capteur.

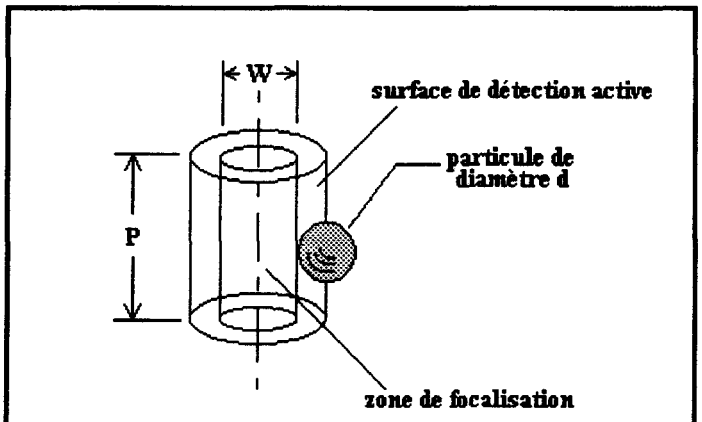


Figure III-4. Définition du volume d'analyse.

I-3 Modes de fonctionnement

Cette première relation montre que le flux ϕ_t est proportionnel à la densité volumique de particules et à leur vitesse. Dans des conditions normales de fonctionnement, le nombre d'impulsions électriques compté par unité de temps donne une mesure du flux de particules. On peut dégager de cette relation fondamentale, les deux fonctionnements possibles pour un compteur basé sur ce principe:

* **si v = cte ⇨ $\Phi_t = K'.n$**

Le système fournit une mesure de la densité volumique de particules contenue dans la suspension analysée:

- densité volumique absolue si la vitesse v est connue, mesurée ou fixée par un moyen quelconque.
- relative par comparaison de différentes suspensions si v est inconnue. On mesure plutôt le facteur de dilution de la suspension initiale.

* **si n = cte ⇨ $\Phi_t = K''.v$**

Le système fonctionne en vélocimètre.

Les remarques faites précédemment permettent de montrer clairement les premières applications envisageables d'un tel système.

Si **v** est constante et inconnue, le fonctionnement en comptage relatif s'avère intéressant lorsqu'il s'agit de suivre l'évolution d'une population de cellules soumises à des facteurs externes: médicaments, toxines, température, pression,... En effet, dans ce cas, l'influence de ces facteurs sur la population peut être caractérisée par comparaison à la population initiale saine sans que la connaissance du nombre exact d'individus soit nécessaire. Ceci permet de contrôler, soit la multiplication cellulaire, soit le taux de mortalité.

Si **n** est constant et inconnu, on pourra alors contrôler la mobilité des individus. Cette mobilité constitue un paramètre déterminant dans certains cas comme la caractérisation de la fertilité des spermes **[VOL79]**.

Le fonctionnement du compteur en mesure absolue de densité de population nécessite la connaissance ou la mesure de la vitesse des particules.

I-4 Problèmes des détections multiples

Une particule traversant le volume d'analyse defini précédemment à la vitesse **v** supposée constante, va mettre un certain temps pour traverser ce volume, appelé temps de transit t_t de la particule. Ce temps correspond à la durée de visibilité de la particule par le capteur. Si le temps de transit est supérieur au taux de récurrence des ultrasons T_r (T_r=20µs dans notre cas), une même particule interceptera plusieurs tirs ultrasonores consécutifs et engendrera un ensemble d'échos réfléchis. La figure III-5 montre ce phénomène dans le cas particulier où la particule produit trois réflexions.

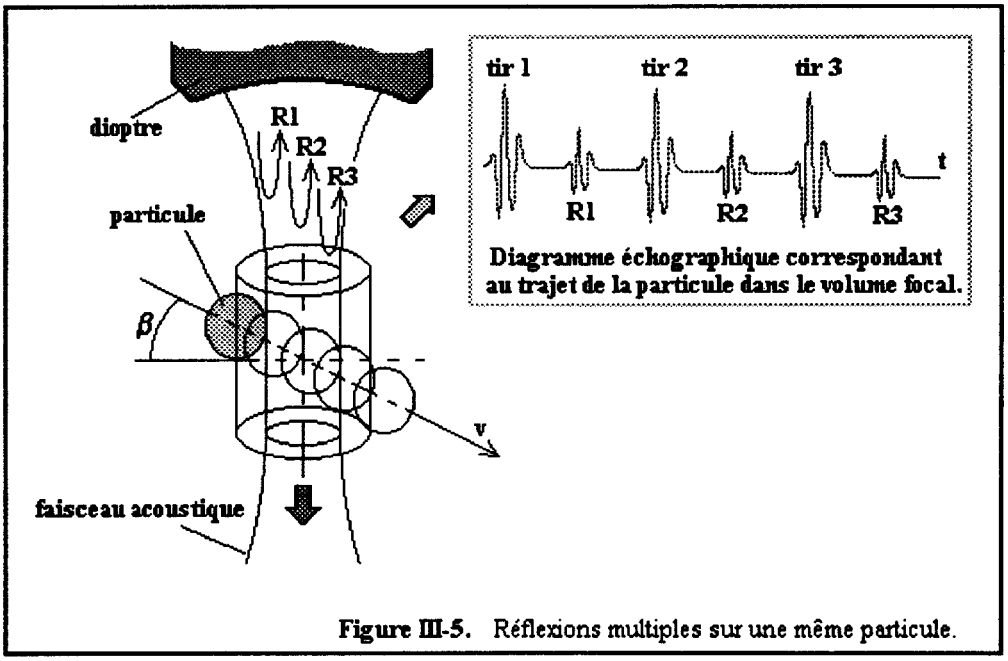


Figure III-5. Réflexions multiples sur une même particule.

Par conséquent, le comptage des échos réfléchis pendant une durée déterminée donnera une surestimation du nombre de particules qui ont effectivement traversé le volume d'analyse pendant le temps considéré. La vitesse des particules étant généralement faible (inférieure à **1 cm/s**), la condition $t_t >> T_r$ est pratiquement toujours remplie. On observe, dans de nombreuses expériences, des valeurs de t_t/T_r de l'ordre de **2** à **5** suivant la granulométrie et pour une même vitesse d'agitation. Comme le milieu en suspension est dilué, il existe entre les salves d'échos correspondant aux particules, des zones dites de "silence" correspondant aux tirs ultrasonores effectués en l'absence de particules dans le volume d'analyse. La structure temporelle du signal échographique, telle qu'elle est montrée sur la figure III-6, est donc composée de salves

d'impulsions qui se répètant à la cadence T_r, et séparées de zones de silence représentatives de l'espacement entre particules.

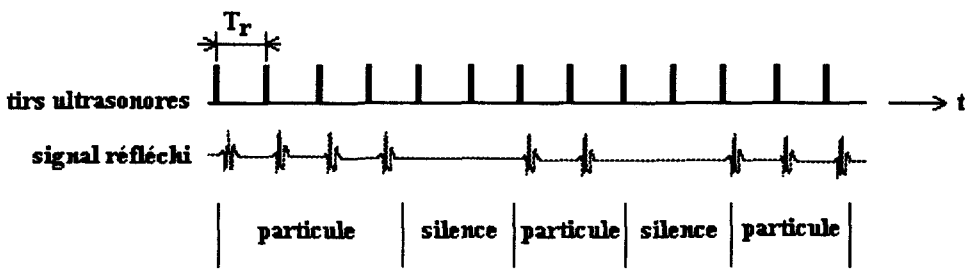


Figure III-6. Structure du signal échographique.

Comme nous l'évoquerons plus loin dans la description du prototype de compteur, nous avons élaboré un système électronique permettant d'extraire, de façon très simple, le signal de salves. Le système permet de compter, sur une durée déterminée t_c, le nombre total d'échos réfléchis que l'on dénommera par la suite nombre de tops N_t et le nombre de salves dénommé nombre de paquets N_p.

Le nombre moyen d'échos réfléchis sur une particule ou nombre de tops par paquet N_{tp} peut être décrit, en fonction du temps de transit t_t et du taux de récurence T_r des ultrasons:

$$<N_{tp}> = <N_t/N_p> = t_t/T_r$$

En considérant que le temps de transit correspond à une distance de transit l_t parcourue à la vitesse des particules **v**, on pourrait estimer cette vitesse par:

$$<N_{tp}> = l_t/(v.T_r)$$

Toutefois, la principale difficulté réside dans la détermination de la longueur de transit. En effet, on ne peut définir à priori, de trajet type des particules dans le volume d'analyse du fait que l'angle d'entrée β de la particule est une variable aléatoire dont on ne connait pas les caractéristiques. D'autre part, il est utopique de considérer un trajet rectiligne dans le volume du fait de la très importante surpression existant au foyer du capteur.

Ces remarques ne remettent pas en cause la validité du principe de comptage relatif, étant donné que cette mesure porte sur le nombre de paquets qui ne dépend pas de la manière dont les particules traversent le volume. Nous avons vérifié le bien fondé de ce principe de comptage à l'aide d'un montage très simplifié. Ce système est présenté, ainsi que les premiers résultats qu'il a permis d'obtenir, au début du quatrième chapitre. Une fois la méthode validée, nous avons entrepris la réalisation d'un prototype complet dont la description fait l'objet des paragraphes suivants.

Avant d'entrer dans l'étude du compteur, nous commencerons par une description du capteur ultrasonore utilisé.

II- Le capteur ultrasonore

II-1 Réalisation

La résolution spatiale demandée dans notre système (<10 µm) nécessite, d'une part, de travailler en haute fréquence (autour de **200 MHz** dans notre cas) et, d'autre part, d'utiliser des ondes acoustiques focalisées. La figure III-7 montre les différentes composantes constituant la structure du capteur ultrasonore focalisé.

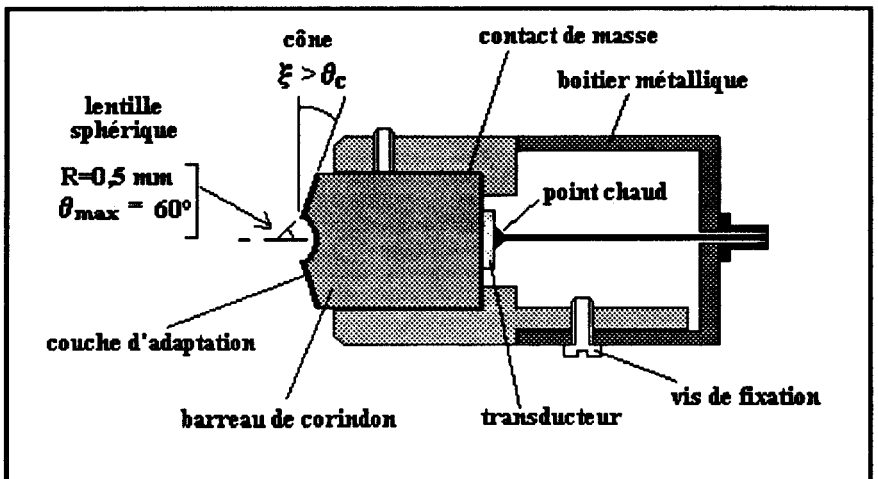


Figure III-7. Technologie du capteur focalisé.

Compte-tenu de ces contraintes, il est indispensable d'employer des transducteurs réalisés à l'aide de subtances piézoélectriques monocristalines. Le contexte d'utilisation du capteur pour un comptage en milieu fluide impose l'emploi d'ondes longitudinales, seules capables de se propager dans un milieu peu visqueux.

L'emploi du Niobate de Lithium suivant la coupe **y** tournée de **36°** permet de remplir ces conditions puisque, pour cette coupe, le coefficient de couplage électromécanique **k** en ondes longitudinales présente un maximum (**k=0,49**) alors que le coefficient de couplage électromécanique en ondes transversales est très faible **[NON78]**. Le transducteur est collé par diffusion d'Indium sur l'une des faces du barreau de corindon constituant la ligne à retard.

Le transducteur ainsi collé est aminci jusqu'à une épaisseur $e=\lambda/2$ correspondant la résonance puisque l'impédance du Niobate de Lithium est légèrement inférieure à celle de la ligne à retard **[DIE]**. La vitesse dans le Niobate de Lithium étant de **7400 m/s**, nous avons, pour une fréquence de travail de **200 MHz**, une épaisseur **e=18,5 µm**.

La ligne à retard est réalisée en corindon (Al_2O_3) qui possède un indice acoustique par rapport à l'eau très élevé (**n=7,2**) et qui permet la réalisation de lentilles sphériques à grandes ouvertures sans aberration significative. Dans tout système (optique ou acoustique), les aberrations géométriques sont d'autant plus grandes que l'ouverture angulaire des dioptres est importante. Si **n** est l'indice du matériau, elles décroissent en $1/n^2$. En acoustique, les matériaux de vitessse de propagation élevée permettent d'obtenir, avec un milieu de couplage liquide, un indice pouvant atteindre la valeur de **7** alors qu'en optique, elle dépasse rarement **1,5**. Avec de tels indices, on pourra utiliser, en acoustique, des dioptres sans aberrations géométriques, et ce pour des ouvertures importantes (**±60°**). La lentille est taillée à l'extrémité du barreau, en regard du transducteur. Une ouverture de **±60°** et un rayon de courbure de **0,5 mm** ont été réalisés et permettent une focalisation dans l'eau très pointue. Les relevés de champs expérimentaux présentés dans le deuxième chapitre nous ont montré une largeur de la tache focale de l'ordre de la longueur d'onde soit **W≅8 µm** et une profondeur de champ d'environ **P≅50 µm** pour une distance

focale voisine du rayon de courbure soit de l'ordre de **600 µm**. La longueur L_{lar} de la ligne à retard est choisie de façon à ce que le dioptre se trouve au delà de la zone de champ proche du transducteur tout en réalisant un compromis permettant de limiter les effets de la diffraction et d'assurer une insonification correcte de la lentille. Dans notre cas, un rayon de transducteur **a=0,5 mm** donne, à **200MHz** dans le corindon, une longueur de la zone de Fresnel égale à: $z_f=a^2/\lambda=4,6$ **mm**. D'autre part, la ligne à retard doit permettre de dégager une fenêtre temporelle d'une durée égale à $2L_{lar}/v_1$ dans la succession des échos fixes due aux réflexions multiples dans le corindon. Nous avons utilisé une ligne à retard de **10 mm** de longueur qui constitue un compromis acceptable.

La cavité sphérique constituant la lentille est usinée à l'autre extrémité du barreau à l'aide d'un tour à sphère puis polie jusqu'au poli optique. Sur cette même face, on usine un cône possèdant un angle ξ supérieur à l'angle critique pour le dioptre corindon/eau de façon à éviter les fuites de signal acoustique dans le milieu de propagation (figure III-7).

II-2 Adaptation mécanique

La rupture d'impédance entre le corindon ($Z_c=43,2.10^6$ **kg/m².s**) et l'eau ($Z_e=1,5.10^6$ **kg/m².s**) est très importante, ce qui à pour conséquence de réduire considérablement l'énergie transmise par le dioptre et par conséquent d'augmenter le niveau des échos fixes (bruit de ligne à retard). Cette transmission peut être améliorée en déposant sur la lentille une couche d'adaptation mécanique quart d'onde faisant office de transformateur d'impédance. Le matériau dans lequel est réalisé cette couche doit avoir une impédance Z_A telle que:

$$Z_A = \sqrt{(Z_c.Z_e)} = 8.10^6 \ \text{kg/m}^2.\text{s}$$

Un matériau tel que le Trisulfure d'Arsenic (As_2S_3) convient bien à ce problème étant donné son impédance: $Z_A=8,3.10^6$ **kg/m².s**. La vitesse de propagation étant de **2600 m/s** dans ce matériau, la couche d'adaptation doit avoir une épaisseur **e=3 µm** environ. Cette épaisseur est facilement réalisable par évaporation sous vide. Par cette technique, nous avons pu noter une amélioration d'environ **20 dB** sur l'amplitude du signal obtenu sur un obstacle parfaitement réfléchissant.

Les figures III-8 et III-9 présentées ci-après, montrent les réponses impulsionnelle et fréquentielle du capteur **200 MHz** réalisé pour l'application de comptage de particules.

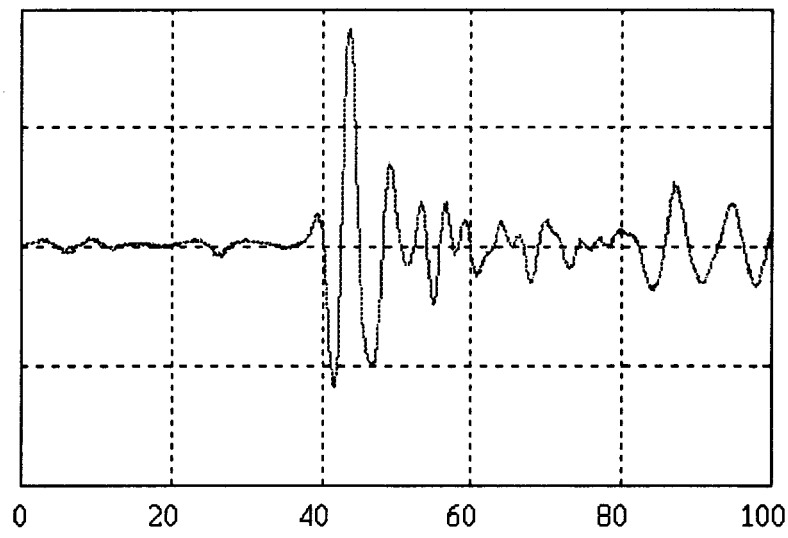


Figure III-8. Réponse impulsionnelle du capteur 200 MHz utilisé.

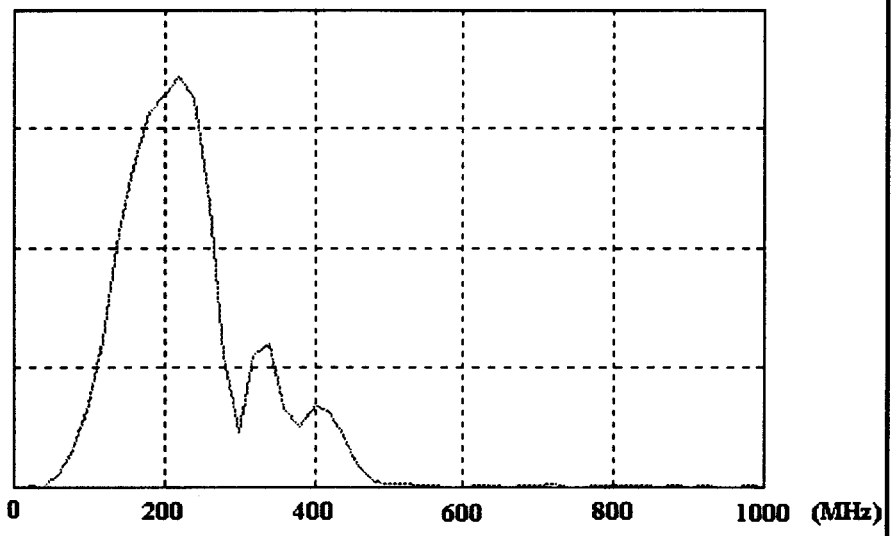


Figure III-9. Réponse fréquentielle du capteur 200 MHz utilisé.

III- Description du prototype de compteur de particules

III-1 Principe général

A partir d'une étude préliminaire effectuée dans le cadre d'un DEA, nous avons entrepris la construction d'un appareil doté d'une électronique performante et d'une gestion informatique permettant l'automatisation des comptages et de leurs traitements. Nous nous proposons donc, dans cette partie, de présenter le prototype du compteur que nous avons réalisé au sein de notre laboratoire.

Le schéma fonctionnel de la figure III-10 donne une vue d'ensemble du système. Un générateur d'impulsions (EMIT) produit un choc électrique transmis au transducteur piézoélectrique à travers le circulateur (C). Le signal échographique réfléchi par les particules est

traité par le récepteur (REC). La carte de contrôle (SDET) générant l'impulsion de déclenchement de l'émetteur permet, par un système de portes synchrones à cette impulsion, d'isoler temporellement l'écho réfléchi par une particule avant amplification. Cette opération a pour but d'éviter la saturation du récepteur par les échos fixes du capteur et de ne présenter que l'information utile à l'entrée du détecteur.

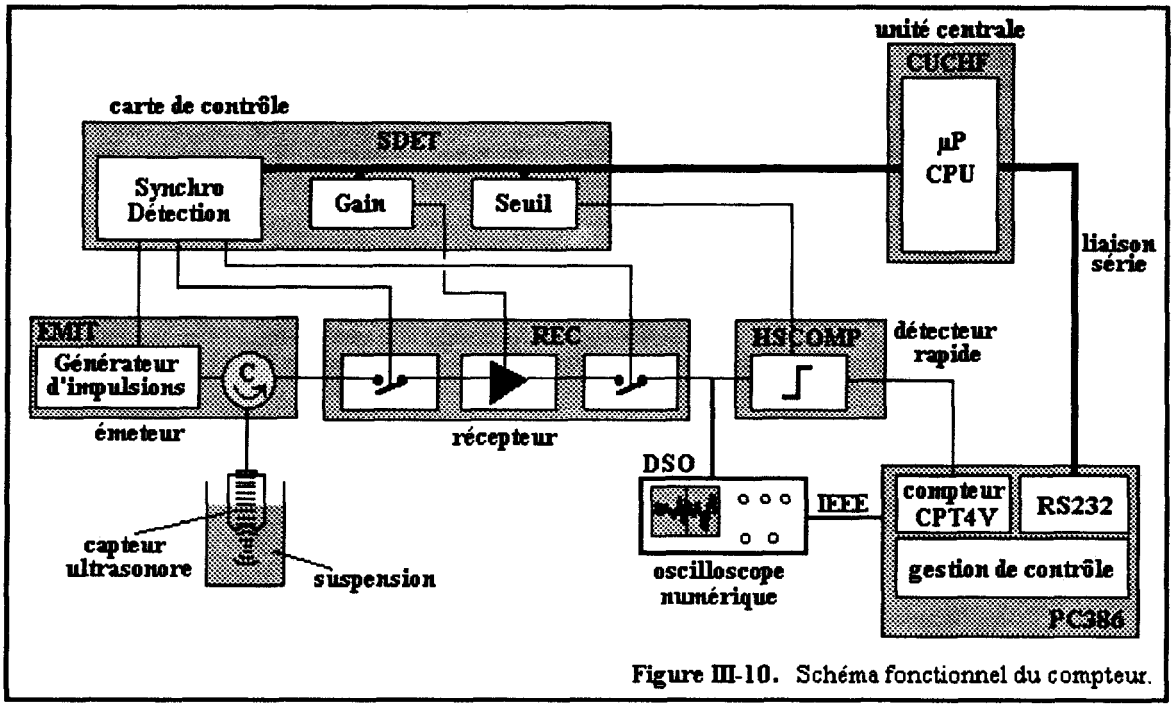


Figure III-10. Schéma fonctionnel du compteur.

La carte de contrôle (SDET) permet également de régler le gain de l'amplificateur de réception. L'écho, isolé et amplifié, est ensuite appliqué à l'entrée du détecteur rapide (HSCOMP) dont le seuil de détection est fixé également par SDET. Ce détecteur produit une impulsion logique dès que l'amplitude de l'écho de particule est supérieure au seuil de détection. Ces impulsions sont comptabilisées par un compteur intégré à un calculateur de type PC386. La carte de contrôle SDET est pilotée numériquement par une unité centrale à microprocesseur CUCHF. Cette unité centrale est connectée au PC386 par une liaison série, ce qui permet le pilotage complet du système à partir de ce dernier. Un oscilloscope numérique, également piloté par le PC386 permet la visualisation du diagramme échographique et du signal de détection.

Après cette succinte description, nous allons examiner, dans un premier temps, les différents éléments constitutifs du système. Dans un deuxième temps, nous aborderons l'étude du programme de gestion implémenté sur le PC et permettant le pilotage du compteur et le traitement des données d'acquisition.

III-2 Architecture du compteur de particules

Hormis le capteur ultrasonore, le système électronique se compose globalement de quatre parties:

- un calculateur de type PC386.
- une carte de communication et de comptage insérée dans le calculateur (carte PB8031).
- un rack d'émission, réception et détection haute fréquence (RHF).
- un oscilloscope numérique de visualisation (DSO) piloté à partir du calculateur par une interface GPIB.

La figure III-11 présente une vue schématique de l'organisation matérielle du compteur sur laquelle on retrouve les différents éléments constitutifs du système.

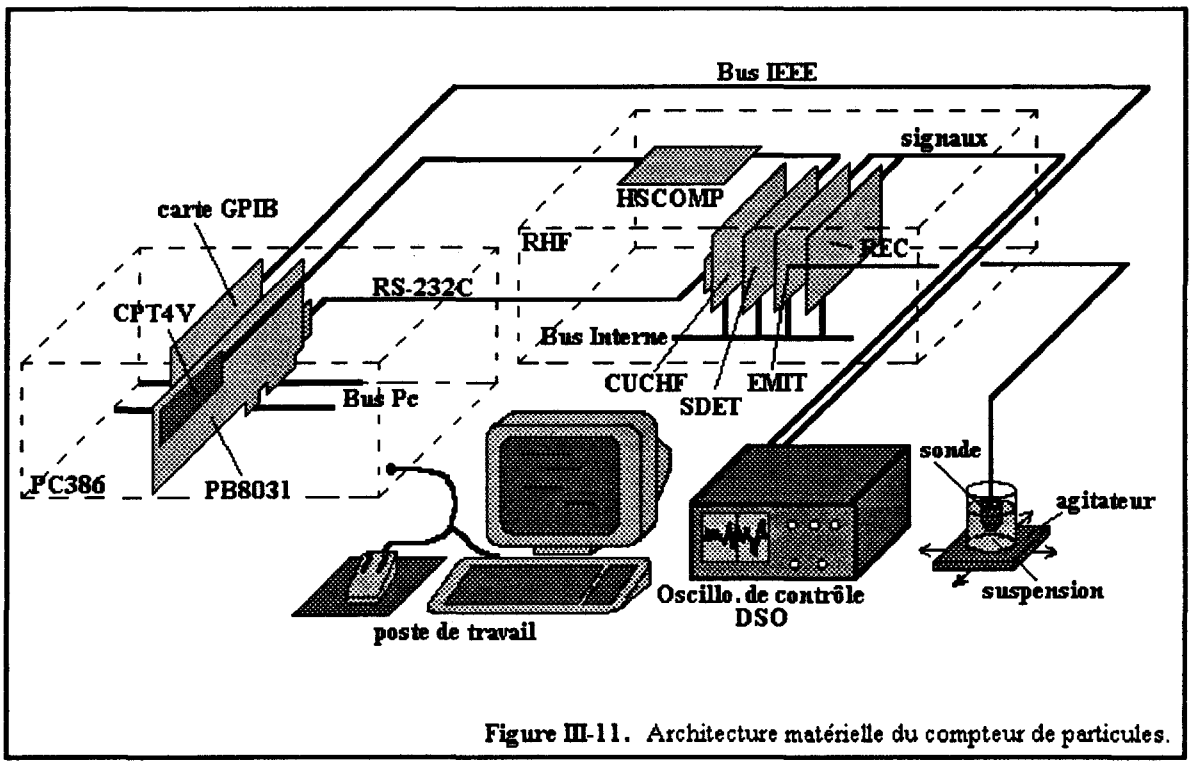


Figure III-11. Architecture matérielle du compteur de particules.

Le pilotage du compteur s'effectue par l'opérateur à partir du poste de travail du PC386, celui-ci ayant pour objectif de régler les différents paramètres de l'électronique d'émission-réception et de lancer les acquisitions, à travers une interface logicielle: le module de gestion. Ce programme est implémenté sur le calculateur et effectue un premier tri des informations suivant la nature des ordres émis par l'opérateur. Ces ordres sont, soit des commandes de contrôle ou d'acquisition destinées au DSO et directement envoyées par la carte GPIB, soit des commandes propres au compteur. En ce qui concerne ces dernières, le module de gestion envoie les commandes à la carte PB8031 qui effectue un deuxième aiguillage d'informations. Ces commandes peuvent être des ordres de configuration interne à la carte PB8031 ou des paramètres de fonctionnement destinés au rack haute fréquence RHF. La figure III-12 explicite schématiquement le cheminement de ces différentes informations.

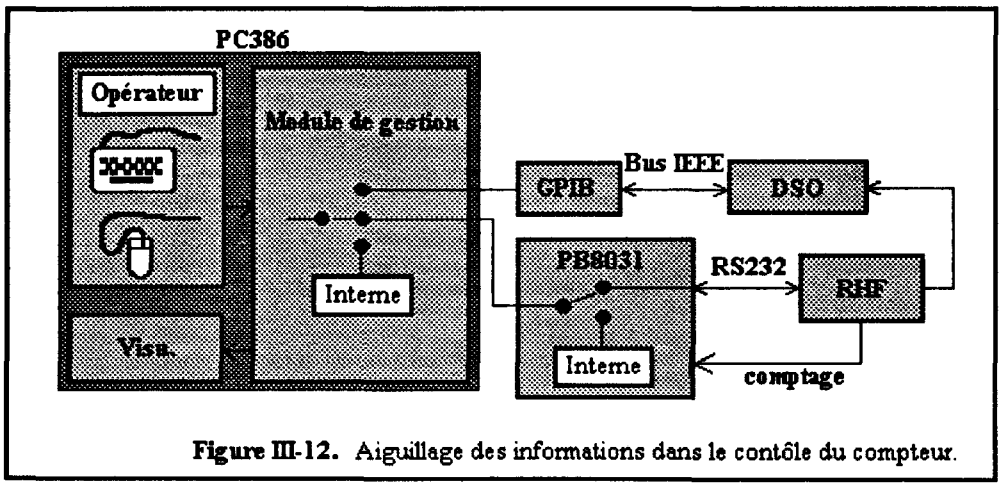


Figure III-12. Aiguillage des informations dans le contôle du compteur.

Le rack haute fréquence RHF constitue l'ensemble d'émission (EMIT) et de réception (REC) des impulsions ultrasonsores. Il comporte également une carte unité centrale CUCHF qui reçoit les commandes de configuration des éléments du rack par la liaison série RS232 connectée au PC386. Inversement, elle peut, à tout instant, communiquer l'état du système au PC. La carte synchro-détection SDET, intégrée au rack, génère tous les signaux nécessaires au fonctionnement du système: impulsion d'émission, portes d'effacement et de mesure, horloges diverses et réalise également le traitement des détections multiples dont nous reparlerons plus tard. Le dernier élément du rack est le détecteur rapide HSCOMP qui permet la détection des echos réfléchis par les particules et une mise en forme rendant les signaux compatibles avec le module de comptage.

III-3 Le calculateur

Le calculateur, d'un type classique PC386, est le centre nerveux du système en ce sens qu'il pilote (sous le contrôle de l'opérateur) l'ensemble des éléments de la maquette grâce au programme de gestion et permet également le traitement et le stockage des résultats de comptage. Nous reviendrons plus en détail, dans la suite de cet exposé, sur ces fonctionnalités purement logicielles. Du point de vue matériel, il accueille la carte de communication et de comptage PB8031 qui va être décrite dans le paragraphe suivant ainsi qu'une carte de communication GPIB permettant le contrôle et l'acquisition des signaux sur l'oscilloscope numérique DSO. Il offre à l'opérateur un poste de travail complet et d'utilisation agréable.

III-4 La carte de communication et de comptage PB8031

Cette carte réalise principalement deux fonctions. La première est la raison d'être du système en se sens qu'elle consiste en la chaîne de comptage des impulsions produites par les particules et issues du détecteur rapide HSCOMP. La deuxième regroupe les fonctions d'aiguillage des informations qui permettent la configuration de la chaîne de comptage et la communication vers le rack haute fréquence RHF de façon à en contrôler les différents paramètres.

Comme le montre le synoptique de la figure III-13, elle comporte trois modules: une unité centrale à microprocesseurs (UC), un bloc de comptage à quatre voies (CPT4V) et une interface de communication (ICPUC) qui gère les échanges d'informations entre la carte et le calculateur sur laquelle elle est implantée.

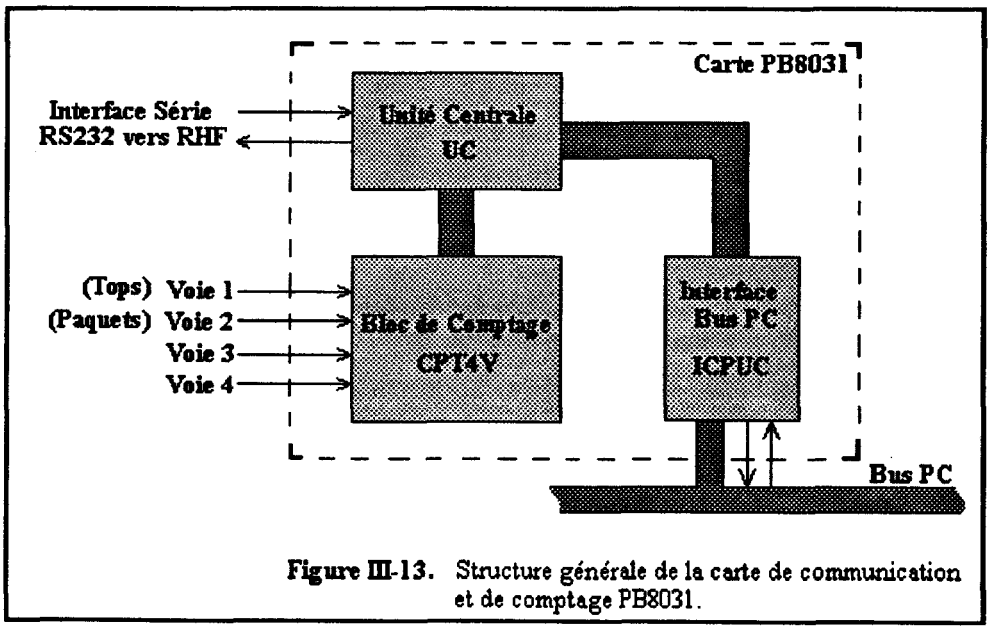


Figure III-13. Structure générale de la carte de communication et de comptage PB8031.

Le bloc de comptage (CPT4V) est l'élément métrologique de cette carte. Il comporte quatre voies de comptage sur 16 bits configurables en 32 bits par groupe de deux voies permettant ainsi d'augmenter la capacité d'acquisition. Actuellement, seules deux voies sont utilisées (Tops et Paquets), les deux autres canaux étant réservés pour des applications de comptage multivoies. Compte tenu de la technologie utilisée, la cadence maximale de comptage autorisée est fixée à **10 MHz**, valeur largement suffisante pour notre application. La gestion du dépassement de capacité est automatique et tout débordement est signalé à l'opérateur.

L'interface de communication (ICPUC) est un circuit logique cablé qui gère, de façon transparente, la synchronisation des échanges de données entre la carte et le calculateur. Ces échanges sont bidirectionnels et le système intègre à cet effet un circuit de gestion des collisions d'informations entre les deux processus communiquant.

Les deux sous-ensembles décrit précédemment sont supervisés par une unité centrale à micocontrôleur qui gère l'initialisation et la lecture du bloc de comptage et qui permet la communication avec le rack haute fréquence par une interface série de type RS232C (configuration des paramètres d'émission et de réception).

Pour les lecteurs intéressés, l'annexe 3-1 propose une description détaillée de l'aspect micro-informatique de cette partie du compteur.

III-5 Le rack haute fréquence RHF

Ce module regroupe essentiellement toutes les fonctions haute fréquence du compteur de particules.

Le but principal est de générer les impulsions d'émission destinées à exciter le capteur ultrasonore, à amplifier et isoler temporellement les échos réfléchis utiles et à en assurer la détection afin de produire les impulsions qui seront comptées par le bloc de comptage CPT4V. Le synoptique général de la figure III-14 montre que ce rack est composé principalement de cinq éléments:

- un émetteur d'impulsions (EMIT).
- un récepteur haute fréquence (REC).
- un circuit de synchronisation et de détection (SDET).
- un détecteur rapide (HSCOMP)
- une unité centrale à microcontrôleur (CUCHF).

Pour une étude détaillée du rack haute fréquence, on pourra se reporter à l'annexe 3-2.

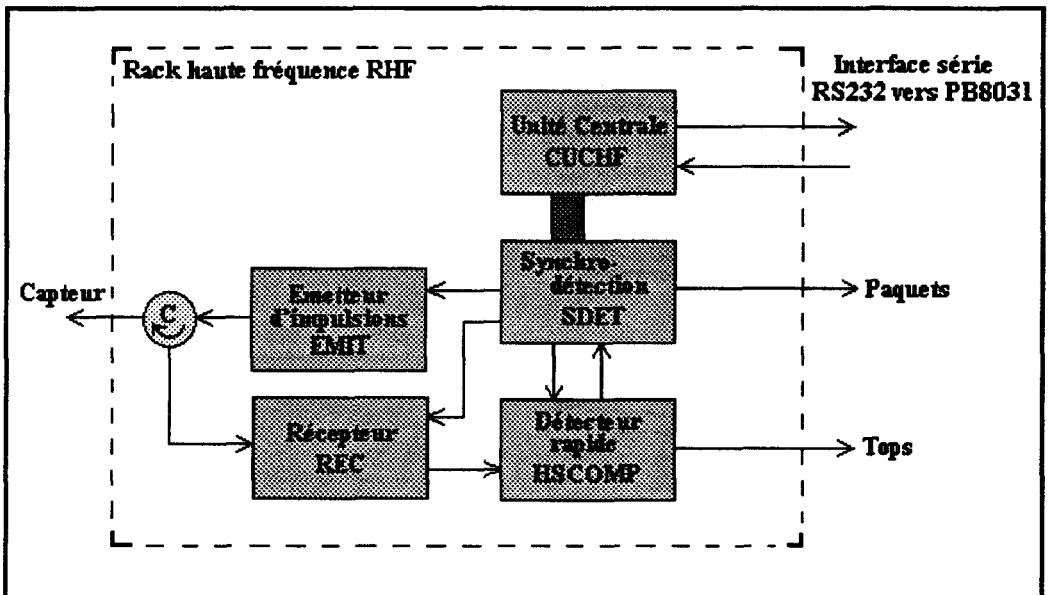


Figure III-14. Structure générale du rack haute fréquence RHF.

L'excitation du tranducteur piézoélectrique est réalisée grâce à des chocs électriques de très courte durée (**qq ns**) et de niveau élevé (≅**50V**) produitent par un émetteur d'impulsions (EMIT). Ce type d'impulsion permet une couverture spectrale importante. Dans notre cas, la bande passante d'émission à **-6dB** s'étale de **20 MHz** à **300 MHz** environ. La figure III-15 montre la représentation temporelle (a) et la représentation spectrale (b) d'une impulsion type.

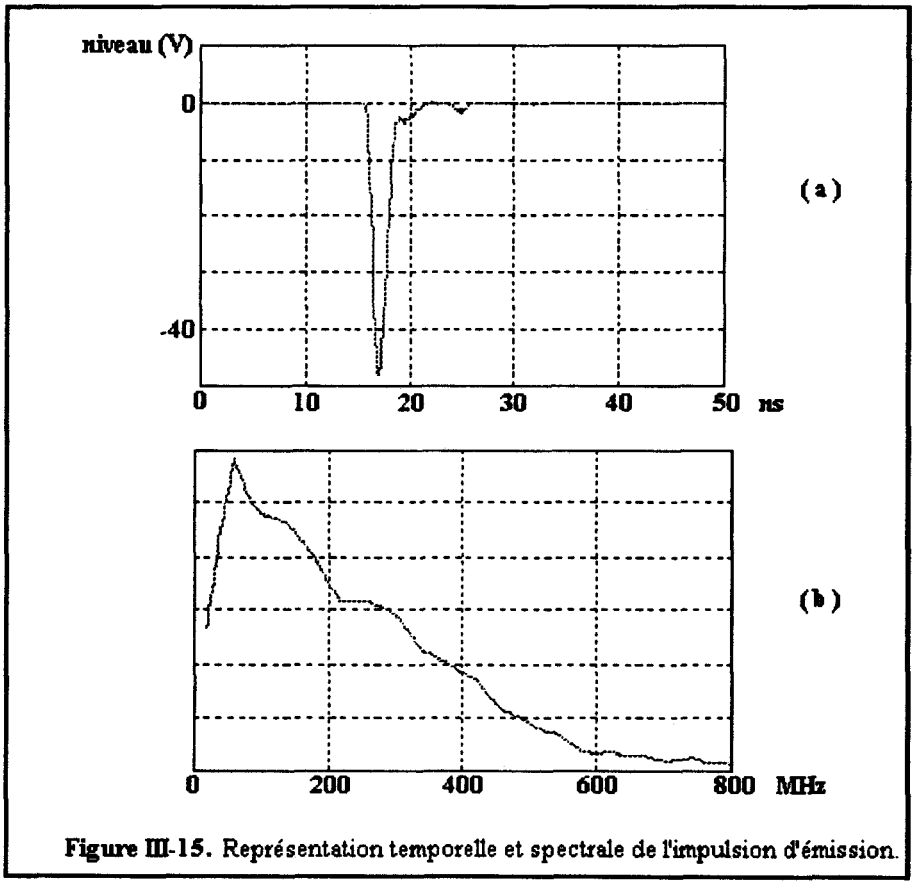


Figure III-15. Représentation temporelle et spectrale de l'impulsion d'émission.

Les échos réfléchis par les particules sont transmis au récepteur (REC) par circulateur (C). Un système de portes permet d'isoler une fenêtre temporelle dans le diagramme échographique. Cette fenêtre correspondant à la profondeur de champ du capteur et permet d'amplifier uniquement les échos utiles, évitant ainsi la saturation des étages d'amplification par les échos fixes. On dispose sur le système d'un gain réglable de **0 à 60 dB** par pas de **1 dB** et d'une bande passante de réception de **300 MHz** à **-3 dB**. La figure III-16 présente la réponse en fréquence de la chaîne d'amplification.

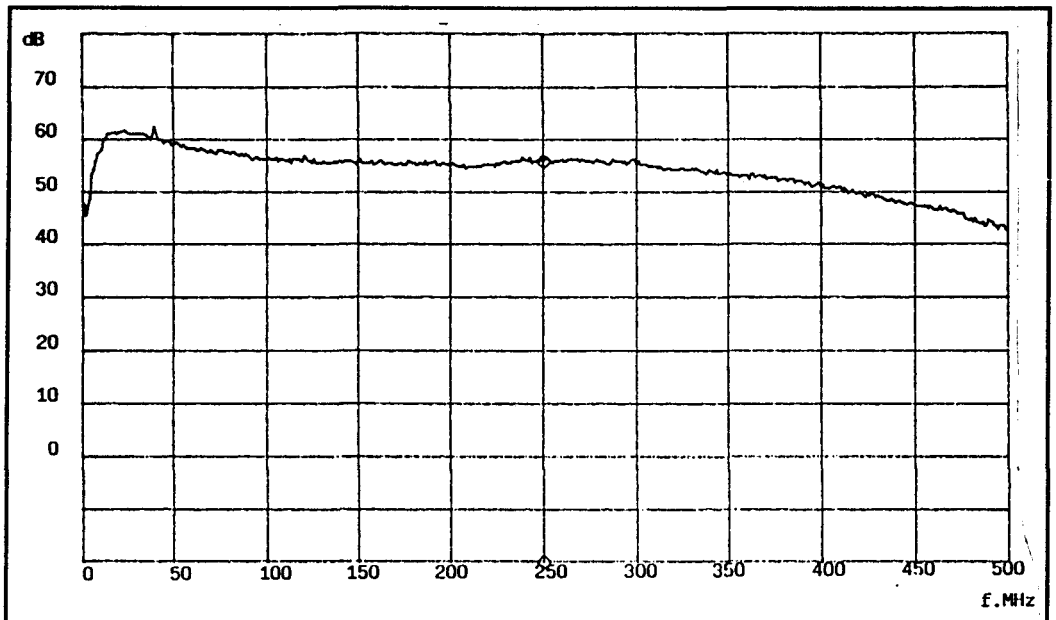


Figure III-16. Réponse en fréquence de la chaîne d'amplification.

Après ce traitement, les échos sélectionnés sont appliqués au circuit de détection (HSCOMP). Ce circuit est composé d'un comparateur rapide associé à un circuit de mémorisation. L'emploi de la technologie ECL permet de détecter des impulsions d'une largeur minimale de **1,8 ns**. La cadence maximale de répétition de ces impulsions est fixée à **4 MHz**. Cette valeur est imposée par le temps de libération du circuit de mémorisation (**250 ns**). Cette cadence est largement suffisante pour le taux de répétition que nous employons: T_r=**20 µs** (**50 kHz**).

L'ensemble des signaux logiques (impulsions de déclenchement d'émission, portes, synchros, etc...) nécessaires au cadencement du système est fourni par une carte numérique dénommée carte de synchro-détection (SDET). Elle génère également des niveaux de tension programmables destinés aux contrôles du gain de réception et du seuil de détection. De plus, elle permet, par une combinaison logique des différents signaux, d'extraire le signal de comptage des paquets (N_p).

Finalement, une unité centrale (CUCHF) basée sur un microcontrôleur de la famille MCS-51 supervise l'ensemble des éléments et permet d'obtenir un système entièrement programmable par interface série de type RS232C. C'est par cette interface que la carte de communication et de comptage (PB8031) envoie les ordres de configuration de l'opérateur à partir de son poste de travail. Le tableau de la figure III-17 résume les principales caractéristiques du prototype réalisé.

Le contrôle de l'ensemble du système s'effectue via une interface logicielle ou module de gestion dont la description fait l'objet du paragraphe suivant.

Emission	**- type large bande: choc -50V/3ns** **- couverture spectrale: 20 à 300 MHz à -6dB**
Réception	**- amplification: 0 à 60 dB par pas de 1 dB** **- bande passante: 300 MHz à -3dB**
Taux de répétition	**- 0 à 100 µs par pas de 1 µs**
Porte de mesure	**- réglage position: 0 à 100 µs par pas de 100 ns** **- réglage durée: 0 à 100 µs par pas de 100 ns** **- 8 gammes accessibles par menus** **- gestion automatique des butées en fonction du taux de répétition**
Seuil de détection	**- 0 à 1V par pas de 10 mV**
Comptage	**- 4 voies** **- capacité maximale par voie: 65536 impulsions** **- cascadable par groupe de 2 voies** **- capacité maximale d'un groupe: $4{,}3.10^9$ impulsions** **- fréquence maximale de comptage: 10 MHz** **- base de temps d'accumulation: 1 à 59 sec**

Figure III-17. Tableau récapitulatif des principales caractéristiques du compteur.

III-6 Le programme de gestion

Le programme de gestion permet l'exploitation du prototype de compteur de particules à partir d'un poste de travail à base de PC386. Ce programme est une interface graphique écrite entièrement en langage C qui met à la disposition de l'utilisateur un ensemble d'outils de commande et d'affichage. Les différents paramètres réglés par ces outils sont envoyés aux organes concernés. Ceux-ci peuvent être, soit des éléments matériels, soit d'autres modules logiciels. La figure III-18 montre l'organisation des différents modules informatiques du programme de gestion.

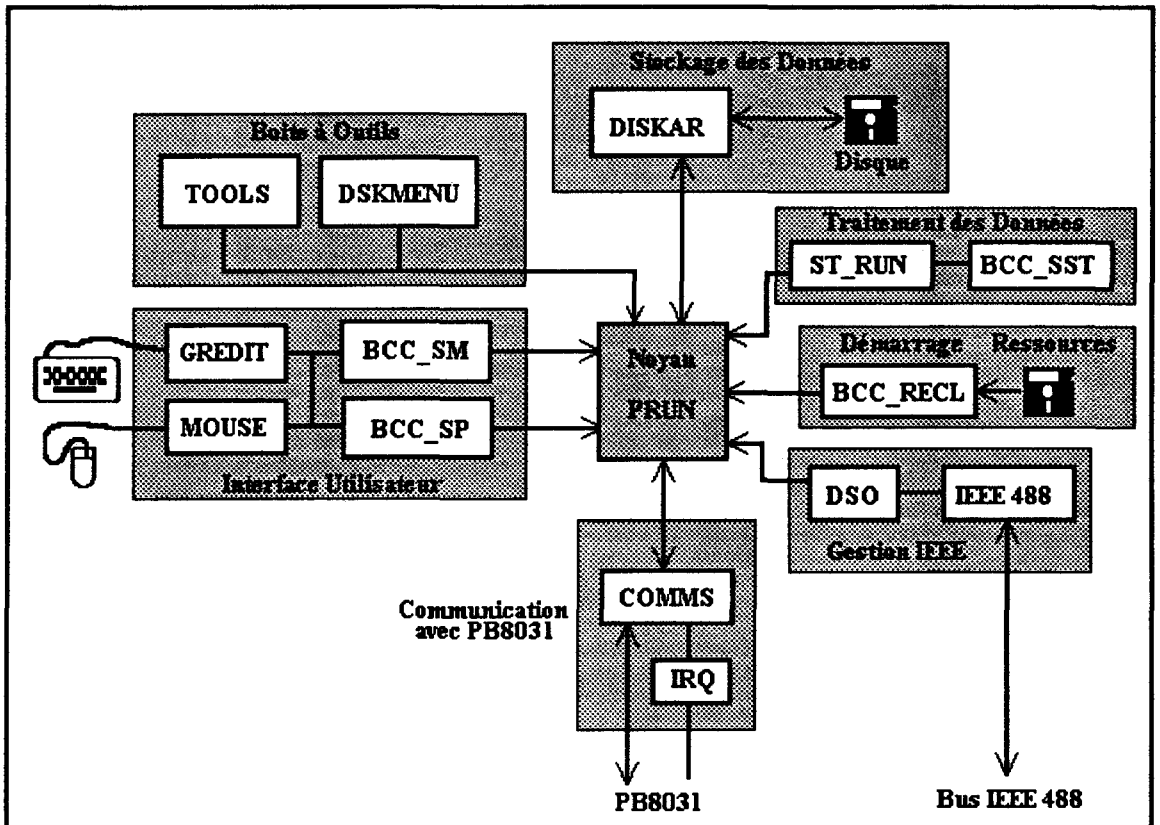


Figure III-18. Organisation générale du module de gestion de contrôle.

Sur ce schèma, on distingue un ensemble de modules inter-connectés par le noyau du gestionnaire (PRUN). Ces modules sont:

- une boîte à outils.
- une interface utilisateur.
- un module de stockage de données.
- un module de traitement des données.
- un module de gestion IEEE.
- un module de communication avec la carte PB8031.
- un module de démarrage.
- le noyau.

La boîte à outils comporte deux modules. Le premier regroupe un ensemble d'outils de commande et d'affichage (TOOLS) qui sont essentiellement destinés au mode panneau de contrôle. Ces outils sont des organes virtuels affichés sur l'écran du poste de travail et manipulés par l'opérateur au moyen de la souris et du clavier. On compte parmi eux des potentiomètres, des commutateurs et des afficheurs numériques ou analogiques du type 'bargraph'. A ces outils, sont associées des fonctions de redirection permettant de les interconnecter ou les relier au processus à contrôler. La figure III-19 montre les quatre types d'outils disponibles.

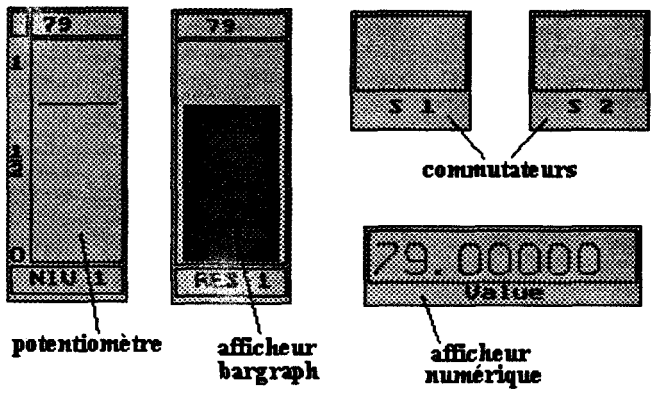


Figure III-19. Les outils de contrôle et d'affichage disponibles dans le module TOOLS de la boîte à outils.

Avant de pouvoir être utilisés dans une application métrologique, telle que le compteur de particules par exemple, les outils doivent être créés à partir d'un programme séparé qui définit toutes les caractéristiques de ceux-ci: nombre d'outils de chaque type, couleurs, position à l'écran, commentaires,.... Ce programme crée ensuite un fichiers ressources TLS particulier contenant toutes les références. Ce fichier devra être appelé par l'application considérée. La figure III-20 décrit succintement cette démarche.

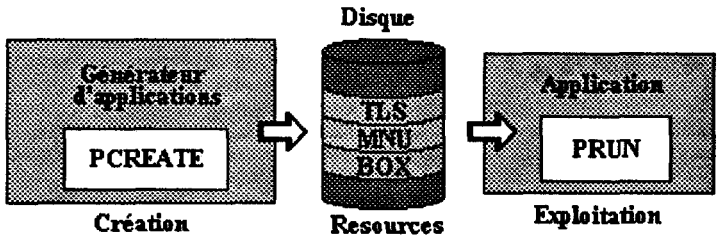


Figure III-20. Création des ressources d'une application.

La figure III-21 montre le panneau de contrôle créé par cette technique pour l'application de comptage de particules. On y retrouve trois groupes d'élements de réglage correspondant à la description du matériel faite précédemment: émission, réception et acquisition. Le groupe émission est constitué de quatre potentiomètres de réglage: fréquence (FREQ), largeur d'émission (L.EMI), taux de répétition (TxREP) et niveau de sortie d'émission (LEVEL). En fait, dans la version actuelle du compteur, seul le réglage du taux de répétition est actif, les autres ayant été prévus lors de l'élaboration d'une version antérieure fonctionnant en émission de type à porteuse découpée. Le groupe réception comporte trois éléments de réglage qui sont: le gain de réception (GAIN), la position de la porte de mesure (P.ECH) et la largeur de cette porte (L.ECH). Le groupe acquisition est uniquement composé des éléments de réglage grossier (S_GR) et fin (S_FIN) du seuil de détection. On notera que le curseur de chaque potentiomètre est repéré par une position relative entre 0 et 100%. Pour cette raison, nous avons associé à chacun de ceux-ci, un afficheur numérique donnant la valeur réelle du paramètre munie de son unité.

Une boite de dialogue permet l'affichage de l'état du panneau de contrôle et des différentes données en mode acquisition. Deux groupes d'afficheurs donnent en temps réel, dans le mode acquisition, les données de comptage (accumulés sur la durée de mesure et en coups par secondes) pour les deux voies actives. La voie 1 est liée au comptage des tops N_t et la voie 2 au comptage des salves ou paquets N_p correspondant au résultat du traitement des détections multiples.

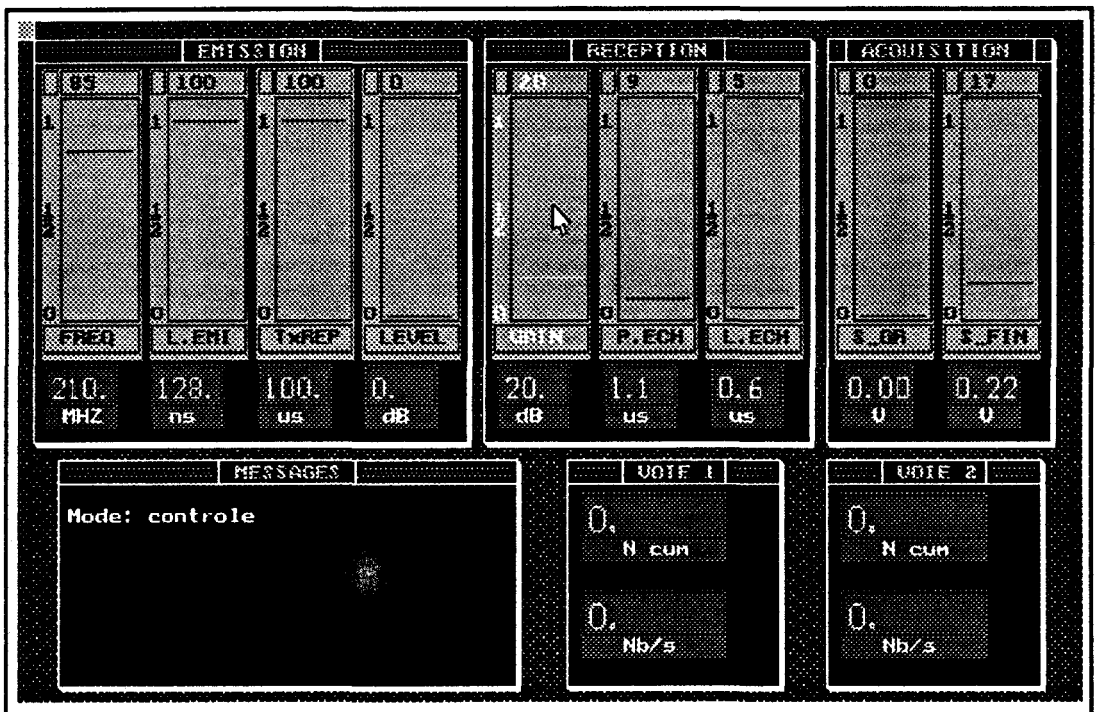


Figure III-21. Mode panneau de contrôle du module de gestion PRUN.

Le deuxième module (DSKMENU) permet la gestion de menus arborescents et de boîtes de dialogue. La structure des menus permet à l'utilisateur d'accéder à toutes les fonctionnalités du programme par une simple manipulation de la souris. Les boîtes de dialogue informent celui-ci des différents messages produits par le système et permettent l'entrée des données à partir du clavier. La figure III-22 montre un exemple de menus imbriqués et de boîtes de dialogue. L'imbrication complexe des menus nécessite la gestion de cette structure par une pile qui contrôle les chemins d'ouverture et de fermeture des menus à l'aide d'identificateurs. L'ordre numérique des identificateurs correspond à l'ordre chronologique de création. De façon à préserver une taille mémoire maximale pour le traitement des données envisagé, toute cette gestion de menus est effectuée sur disque.

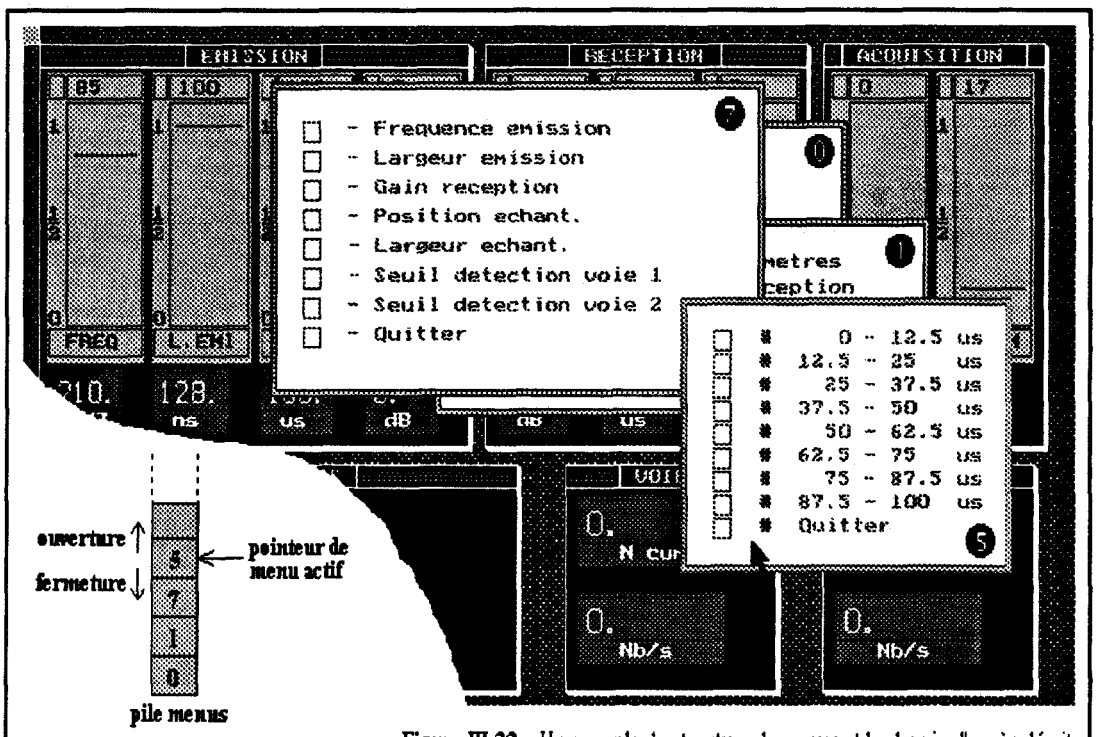


Figure III-22. Un exemple de structure de menus et le chemin d'accès décrit par le contenu de la pile menus associée.

L'interface utilisateur est le module de communication entre le compteur et l'opérateur. Il permet la gestion des principales entrées/sorties homme-machine. Un gestionnaire de souris (MOUSE) analyse tous les événements associés à celle-ci et transmet son état au programme. Un éditeur de texte en mode graphique simplifié (GREDIT) permet l'entrée de valeurs numériques utilisées dans certaines fonctions du programme, à partir d'une boîte de dialogue.

Les différentes actions du clavier et de la souris sont envoyées aux deux modules de scrutation menu (BCC_SM) et panneau de contrôle (BCC_SP) qui analysent ces actions et configurent le système en conséquence.

Le module de stockage des données est un module général de sauvegarde et de lecture des données d'acquisition sur disque. Pour des raisons de clarté d'édition et d'impression, ces données sont stockées en ASCII sous la forme de matrices et peuvent être lues élément par élément ou par vecteur colonne.

Le module de traitement des données est le module qui permet le traitement et l'analyse des résultats d'acquisition. Le module de calcul (BCC_SST) possède trois fonctions essentielles. La première est une fonction de préparation des données destinée à les rendre exploitables: débruitage, seuillage... La deuxième fonction permet d'extraire les principales caractéristiques statistiques des comptages de façon à en donner une représentation synthétique: moyenne, écart-type, estimations... La troisième fonction regroupe les fonctionnalités de représentation graphique des données: le diagramme de dispersion qui donne l'évolution temporelle des comptages et l'histogramme qui représente la loi de distribution de ceux-ci par classes de valeurs. Ces fonctions permettent d'apprécier visuellement un certain nombre d'informations qui ne sont pas obtenues par calcul: périodicités, présence de plusieurs modes... On se reportera aux figures III-23 et III-24 qui présentent ces deux modes de visualisation.

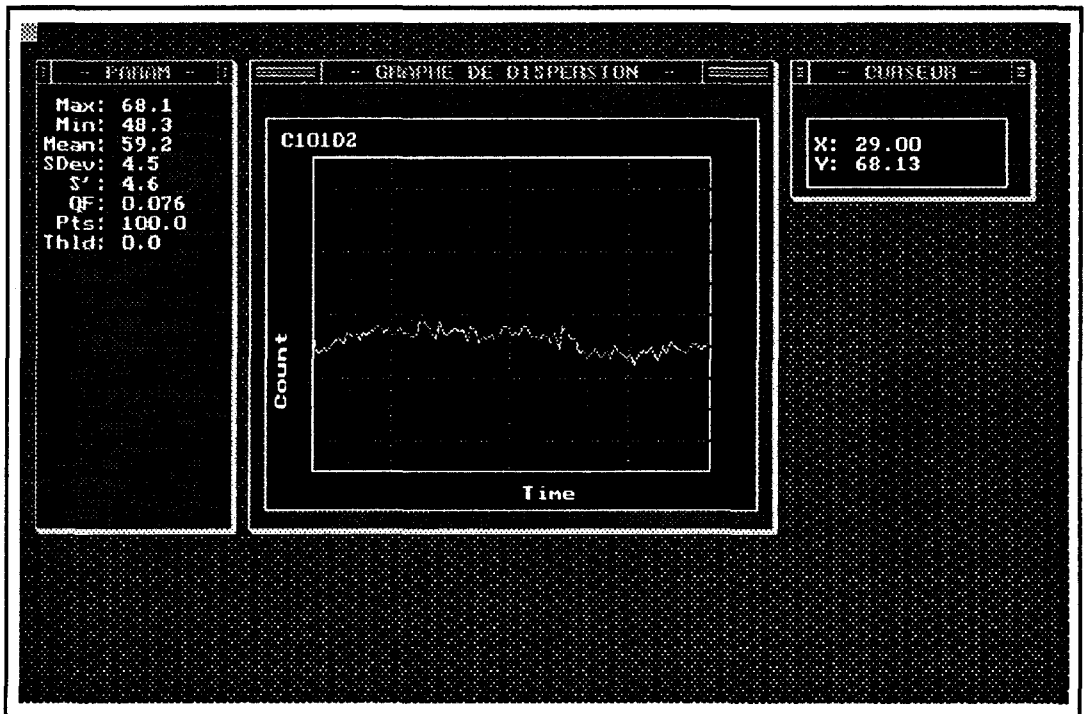


Figure III-23. Mode graphe de dispersion du module de traitement de données.

Dans le mode graphe de dispersion, une fenêtre 'PARAM' donne une synthèse numérique des données acquises: minimum, maximum, moyenne, écart-type, précision statistique et nombre de points d'acquisition. Le graphe ne comporte pas d'échelle vu qu'il est possible de déplacer un curseur sur la courbe et de lire la position de ce curseur en grandeurs réelles dans le fenêtre 'CURSEUR'. Dans le mode histogramme, la fenêtre 'ESTIMATION' donne les estimations de la moyenne pour différents niveaux de confiance dans le cas d'un ajustement à une loi de Gauss par test d'hypothèse statistique. Le graphe comporte, quant à lui, deux tracés: l'histogramme expérimental, le résultat de l'ajustement à la loi de Gauss **[TOM]**. On dispose, dans ce mode, des mêmes fonctionnalités de lecture par curseur mobile.

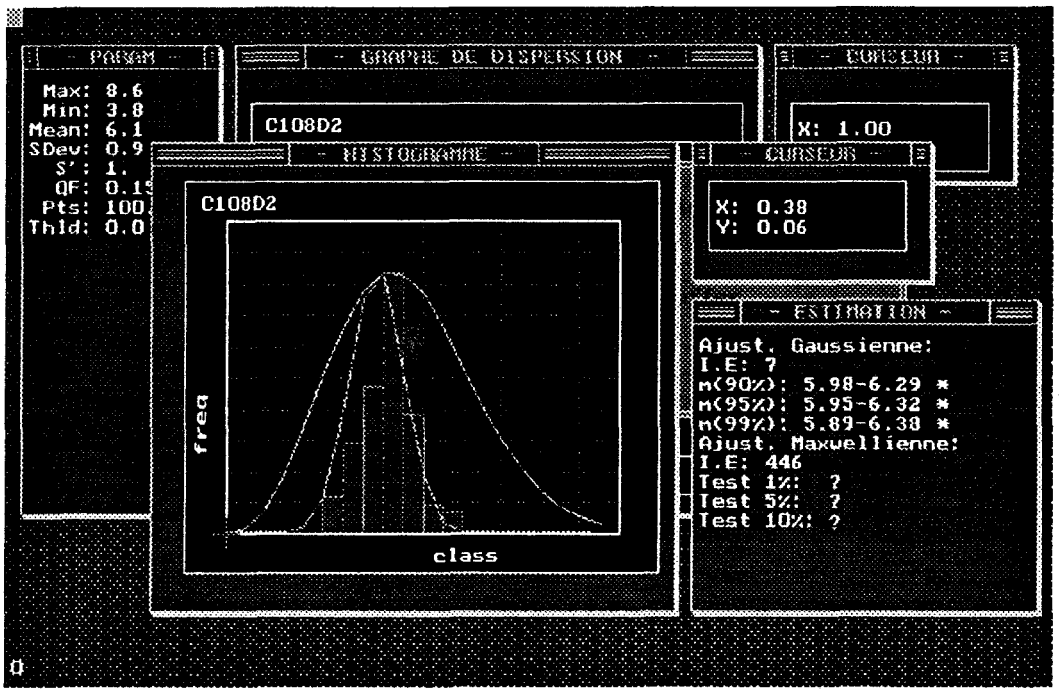


Figure III-24. Mode histogramme et estimation du module de traitement.

Ce module possède sa propre structure de menus, indépendante de celle du panneau de contrôle, et nécessite donc un petit module de lancement (ST_RUN) qui procède au changement de contexte.

Le module de démarrage permet, au lancement du programme, de charger les différentes ressources (TLS, MNU, BOX) à partir du disque, de restituer l'application (BCC_RECL) et d'initialiser la carte PB8031 qui initialisera à son tour le rack haute fréquence.

Le module de gestion IEEE permet, à l'aide de quelques fonctions, d'envoyer les commandes à l'unité de visualisation (DSO) et de lire des informations sur certains signaux particuliers. Actuellement, nous développons une interface graphique intégrée au programme de gestion qui permettra la visualisation sur le moniteur du poste de travail du diagramme échographique acquis par le DSO.

Le module de communication permet au programme de gestion de dialoguer avec la carte PB8031, décrite précédemment, grâce à une gestion par interruptions (IRQ) et files d'attentes (COMMS) autorisant l'assynchronisme des deux processus communiquant.

Le noyau (PRUN) est le moteur du programme de gestion. Son fonctionnement est décrit par l'organigramme simplifié de la figure III-25. Ce module a pour fonction principale d'analyser les différents évenements qui proviennent des interfaces utilisateur (clavier, souris) ou externes (IEEE, carte PB8031) et à distribuer les différentes informations en conséquence.

Dès le démarrage, le programme recherche sur le disque l'application en cours et initialise le module en mode panneau de contrôle (PANEL_MODE). La tache de fond consiste à scruter les différentes actions associées au clavier et à la souris, soit dans le mode panneau de contrôle permettant le réglage des paramètres de l'électronique, soit dans le mode menu qui permet de sélectionner les options de travail du programme.

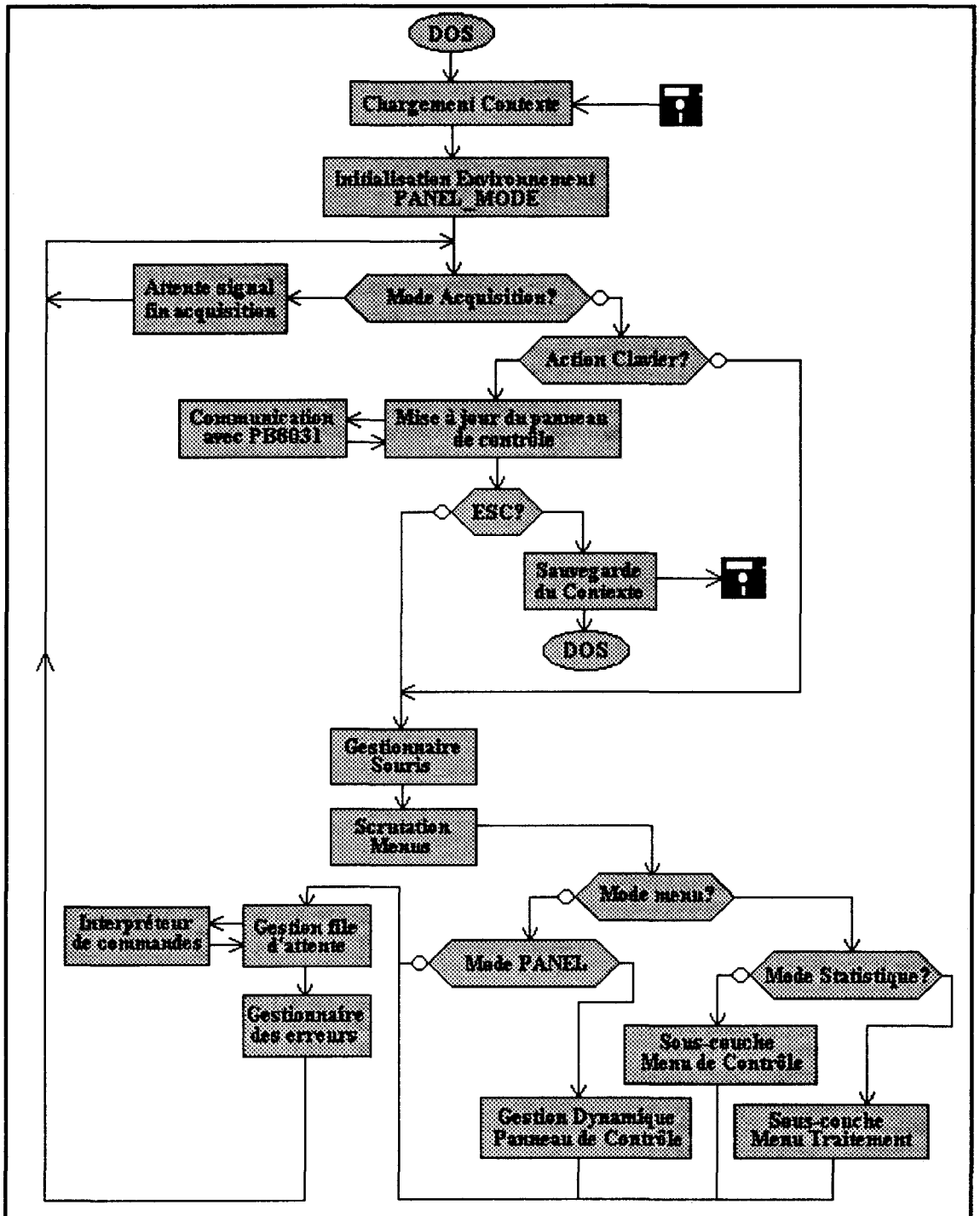


Figure III-25. Organigramme fonctionnel du module PRUN.

III-7 Module de traitement des données [BOW]

III-7-1 Aspects généraux

Comme nous l'avons évoqué de façon très succinte ci-dessus, le module de traitement possède un ensemble de fonctionnalités que l'on peut regrouper en trois familles:

- préparation des données
- extraction des caractéristiques
- représentation graphique

Pratiquement, le résultat d'une série de comptage se présente sous la forme d'une série chronologique de couples de valeurs (t_i,y_i) donnant le nombre d'impulsions (comptages tops N_t ou paquets N_p) accumulées sur une durée d'observation ou temps de comptage t_c et prises aux instants t_i tels que: $t_c=t_{i+1}-t_i$. L'examen d'une telle série de valeurs à l'aide d'un diagramme de dispersion, qui n'est autre que la représentation $y_i(t_i)$ des données, met en évidence un certain nombre de caractéristiques telles que l'ampleur des fluctuations statistiques, l'existence de tendances (linéaires ou autres), de composantes cycliques,... La figure III-26 montre quelques exemples couramment rencontrés en analyse des données.

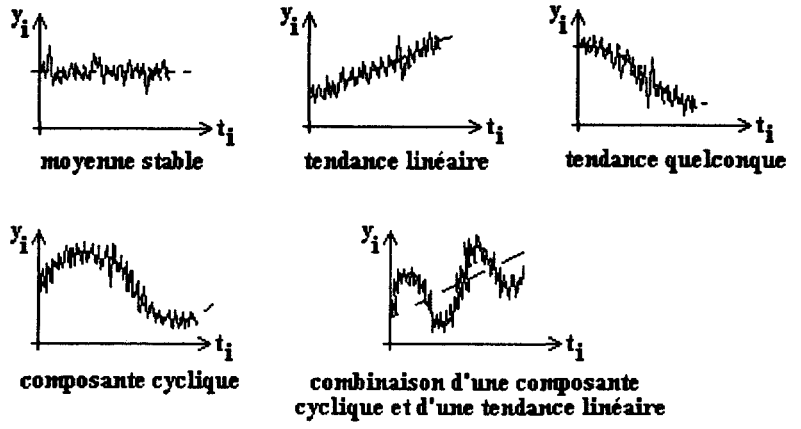


Figure III-26. Graphes de dispersion de quelques cas couramment rencontrés en analyse des données.

Le but du module de traitement est de fournir des outils permettant d'accéder à un certain nombre de ces caractéristiques.

III-7-2 Préparation des données

L'objectif de ces fonctions est double. D'une part, on dispose d'une fonction de filtrage passe-bas par moyennage arithmétique mobile symétrique:

$$y_t^* = \frac{1}{3}\sum_{j=-1}^{+1} y_{t+j}$$

Où: y est la série de données brutes.
y^* est la série de données filtrées.

Cette fonction permet d'atténuer les fluctuations statistiques trop importantes pouvant survenir sur les données.

D'autre part, une fonction de seuillage permet d'éliminer les valeurs jugées aberrantes dont l'origine peut être diverse comme l'obstruction de la lentille par exemple. Cette fonction ne conserve dans la série que les valeurs comprises entre les deux seuils y_{inf} et y_{sup}.

III-7-3 Extraction des caractéristiques

Il s'agit ici, d'extraire les caractéristiques statistiques de la série de comptage. Cette opération s'effectue en deux temps. Le premier consiste a calculer les grandeurs expérimentales classiques sur la série telles les caractéristiques de tendance centrale et de dispersion.

Puisque les comptages réalisés constituent un échantillonnage d'une population de mesures dont le nombre devrait théoriquement être infiniment grand pour que moyenne et dispersion soient représentatives, il faut procéder à l'estimation de ces paramètres sur l'échantillon pour assurer sa représentativité à la population mère inaccessible. On ne s'attachera ici qu'à l'estimation par intervalle du paramètre de tendance centrale. La qualité de l'estimateur est définie par un intervalle de confiance au niveau α qui signifie que la probabilité pour la vraie valeur du paramètre estimé de se situer dans l'intervalle ainsi construit est de α %.

Différents cas de figure se présentent pour l'estimation de la moyenne suivant les caractéristiques de l'expérience: connaissance à priori de la loi statistique, de l'écart-type, taille de l'échantillon. Si l'on suppose que les **N** comptages y_i suivent une loi normale et si l'on estime l'écart-type par l'estimateur non-biaisé:

$$s' = \left[\sum_{i=1}^{N} \frac{(y_i - \langle y \rangle)^2}{N-1} \right]^{1/2}$$

Où $\langle y \rangle$ est la moyenne expérimentale calculée sur la série de comptage.

L'intervalle de confiance pour l'estimateur **m** de la moyenne, lorsque le nombre de mesures **N** est suffisamment grand (en pratique $N \geq 30$), sera:

$$\langle y \rangle - Z_\alpha \, s'/\sqrt{N} \quad \leq \quad m \quad \leq \quad \langle y \rangle + Z_\alpha \, s'/\sqrt{N}$$

Où Z_α est la valeur de la variable aléatoire normale centrée réduite:

$$Z_N = \frac{\langle y \rangle - m}{s'/\sqrt{N}} \sim N(0,1)$$

qui satisfait à: $\mathbf{Prob}(\, |Z_N| \leq Z_\alpha \,) = \alpha \, \%$

On trouve, dans les tables de la loi normale centrée réduite, les valeurs de Z_α pour les niveaux de confiance les plus usuellement rencontrés:

$$\alpha = 90\% \Rightarrow Z_\alpha = 1{,}645$$
$$\alpha = 95\% \Rightarrow Z_\alpha = 1{,}96$$
$$\alpha = 99\% \Rightarrow Z_\alpha = 2{,}576$$

Les autres cas de figure (échantillons petits, loi quelconque,...) sont abordés succintement dans l'annexe 3-3.

Cette estimation n'ayant de sens que pour une distribution normale des comptages, nous avons implanté une fonctionnalité de traitement permettant de vérifier, par test d'hypothèse statistique, qu'une série de comptage suit effectivement une loi de Gauss. La procédure consiste en un test du χ^2 de Pearson appliqué à un indicateur **K** caractérisant l'écart entre les données expérimentales et la distribution théorique. L'annexe 3-4 donne les détails de la procédure suivie.

III-7-4 Représentation graphique

Le dernier point important du module de traitement concerne les différentes fonctions d'affichage des données. Nous avons choisi deux modes de représentation principaux qui donnent une très bonne transcription visuelle des résultats de comptage. Le premier mode est le diagramme de dispersion (figure III-23). Ce diagramme est la représentation de l'évolution des comptages cumulés sur la durée d'observation t_c en fonction du temps en unité t_c. Ce type de représentation, qui peut être appliqué aussi bien aux comptages tops (N_t) qu'aux comptages paquets (N_p), donne une première idée sur l'évolution des mesures. On peut, par ce procédé, vérifier que les acquisitions fluctuent (au sens statistique) dans des proportions raisonnables autour d'une tendance centrale stable ou au contraire, détecter une éventuelle divergence ou bien une composante cyclique due par exemple à un problème d'agitation du milieu (nous reviendrons sur ce point particulier au cours du chapitre suivant). Cette technique donne également la possibilité de détecter certaines valeurs aberrantes. Cependant ce mode de représentation ne donne pas d'informations précises sur la distribution statistique des comptages.

La réponse à ce dernier problème est donnée par le second mode de représentation graphique que nous avons mis en place, le mode histogramme (figure III-24). Ce mode de représentation donne une information visuelle très claire sur les caractéristiques de la distribution statistique des comptages (modes, moyenne, dispersion, étendue, symétrie,....). Ce mode permet l'affichage simultané de l'histogramme de données expérimentales et de l'histogramme correspondant à la loi de Gauss estimée par le test du χ^2 évoqué précédemment.

IV- Conclusion

Nous avons présenté dans ce chapitre, le principe théorique de base qui nous a permis d'envisager la conception d'un compteur de particules par ultrasons haute fréquence focalisés. Nous avons également montré le couplage intime, au niveau du flux de particules mesuré, de deux paramètres fondamentaux de la suspension analysée: la densité volumique de particules et la vitesse de celles-ci.

Dans certains cas, et plus particulièrement en fonctionnement relatif, on peut s'affranchir de l'un des deux paramètres, ce qui nous a permis de mettre en évidence les deux modes de fonctionnement de notre compteur.

Nous avons ensuite décrit l'important travail de conception du prototype construit au sein de notre laboratoire de façon à aboutir à un appareil simple mais complet et modulable à souhait. Cette versatilité permet de l'adapter facilement à l'évolution de nos travaux dans ce domaine.

Dans le chapitre suivant, nous présenterons les premiers résultats de comptage obtenus sur un milieu biologique en suspension qui nous ont permis de vérifier la loi de proportionnalité entre le flux de particules et la densité volumique de la suspension. Nous présenterons également les essais que nous avons effectué à l'aide de notre prototype sur des suspensions de particules inertes agitées artificiellement ainsi que les difficultés posées par ce problème particulier. Nous terminerons par les résultats de comptage globulaire sanguin effectués en vue d'une mesure de l'hématocrite.

Chapitre 3

Bibliographie

[BOW] A.H. Bowker, G.J. Lieberman
"Méthodes statistiques de l'ingénieur".
Sciences de l'ingénieur - Dunod.

[DIE] E. Dieulesaint, D. Royer
"Ondes élastiques dans les solides".
Masson.

[NGÔ] H. Ngô, C. Ngô
"Physique statistique - Introduction".
Masson.

[NON78] B. Nongaillard
"Etude de systèmes de microscopie acoustique".
Thèse 3° cycle. 1978.
Université de Paris 6 et de Valenciennes et du Hainaut Cambraisis.

[TOM] R. Tomassone, S. Audrain, E. Lesquoy-de- Turckheim
"La régression: Nouveaux regards sur une ancienne méthode statistique".
I.N.R.A., Actualités scientifiques et agronomiques, n° 13, Masson.

[VOL79] B. Volochine, J. Bosq-Rolland
"Méthode de mesure objective de la mobilité des spermarozoïdes par diffusion de la lumière. Application à l'immunologie de la reproduction".
Revue de physique appliquée, Tome 14, p391-404, 1979.

CHAPITRE IV

Résultats expérimentaux

- Chapitre 4 -

Résultats expérimentaux

Introduction

Nous nous proposons, dans ce dernier chapitre, de présenter les divers résultats expérimentaux que nous avons obtenu avec notre système. Après un exposé synthétique sur les problèmes posés par les différents types de suspensions, il nous a semblé important de présenter, de façon historique, les premières observations sur une suspension de tétrahyménas et les résultats obtenus avec un montage simplifié, qui ont motivé le developpement d'un appareil de comptage complet. Nous présenterons ensuite les comptages réalisés à l'aide de notre prototype.

Nos expérimentations ont porté sur deux types de suspensions. Dans un premier temps, de façon à se placer dans des conditions confortables de détection, nous avons utilisé des étalons de granulométrie constitués de sphères de latex en suspension. Après avoir présenté ces résultats, nous évoquerons les différents problèmes liés, d'une part au comptage des particules inertes et, d'autre part, à la dégradation des conditions de détection en milieu fortement concentré.

Le deuxième champ d'investigation s'est porté sur le comptage des hématies dans le sang humain, avec pour objectif la mesure de l'hématocrite par voie acoustique. L'expérimentation sur le sang présente deux intérêts fondamentaux. Le premier permet évidemment de valider notre système sur un matériau biologique et en particulier sur le sang, qui constitue un des milieux de base dans notre expérimentation en matière biomédicale. Le deuxième intérêt est la très forte concentration en hématies du sang total qui permet l'exploration d'une très large plage de dilutions. Ceci nous permettra de déterminer les limites de fonctionnement de notre compteur.

Dans ce contexte, nous montrerons, dans un premier temps, la possibilité de mesurer l'hématocrite sanguin dans le sang dilué. Ensuite, nous évaluerons l'hématocrite limite au delà duquel le système ne peut plus fonctionner.

I- Différents types de suspensions

Pour assurer la représentativité statistique de notre technique de comptage, nous devons garantir l'homogénéisation de la suspension dans la cellule de mesure. Ce point ne pose aucune difficulté dans le cas de suspensions de cellules vivantes possèdant une mobilité propre. En effet, dans ce cas, la vitesse moyenne **v** des cellules est relativement indépendante de la concentration **n** en deçà d'une valeur limite, ce qui permet de considérer **v=cte**. D'autre part, le caractère aléatoire des mouvements cellulaires permet une homogénéisation quasi parfaite de la suspension puisqu'aucune direction de déplacement n'est privilégiée.

Dans le cas de particules inertes, le problème est tout autre puisqu'il est nécessaire de mettre en mouvement le milieu de façon artificielle par agitation mécanique de la suspension. La vitesse de brassage de la suspension est fortement conditionnée par sa viscosité globale qui dépend de la concentration en particules et de la taille de celles-ci (annexe 4-2). Pour des suspensions de particules de petite taille et faiblement concentrées, la viscosité du milieu peut être pratiquement

confondue avec celle du solvant (fluide porteur). La vitesse **v** peut alors être considérée comme indépendante de **n**.

Dans le cas contraire, l'évaluation de **v(n,d)** fait appel à la mécanique des fluides diphasiques dont l'approche est extrêmement difficile et sort du cadre de ce travail.

En plus des problèmes évoqués précédemment, l'agitation artificielle rend difficile l'homogénéisation correcte du milieu. Ceci se traduit par l'apparition de gradients de concentration dus aux modes de vibration du récipient porte-échantillon. Nous donnerons une illustration expérimentale de ce phénomène au cours de ce chapitre.

II- Premiers résultats expérimentaux obtenus sur les suspensions biologiques

II-1 Méthode par absorption d'un écho

Nous avons utilisé comme milieu biologique, une culture de protozoaires de type tétrahyménas en solution liquide. Ces êtres monocellulaires se présentent sous la forme d'ovoïdes de **40 µm** de grand diamètre et de **20 µm** de petit diamètre. Le cytoplasme est isolé du milieu extérieur par une membrane lipidique de **200 nm** d'épaisseur environ. Les tétrahyménas sont des êtres vivants munis de cils vibratiles qui leur confèrent une mobilité propre dans le milieu de culture. La vitesse moyenne de ces cellules est de l'ordre de **0,1** à **1 mm/s**.

Les premières expériences de comptage ont été réalisées en plaçant une goutte de solution entre le capteur acoustique et une lame de verre. Le capteur est excité par une porteuse haute fréquence (**100 MHz**) découpée par des impulsions. Les échos réfléchis sur la lame de verre, après sélection par une porte de mesure, sont amplifiés, détectés puis échantillonnés et bloqués. L'amplitude de ce signal est ensuite visualisée sur un enregistreur à mémoire (figure IV-1).

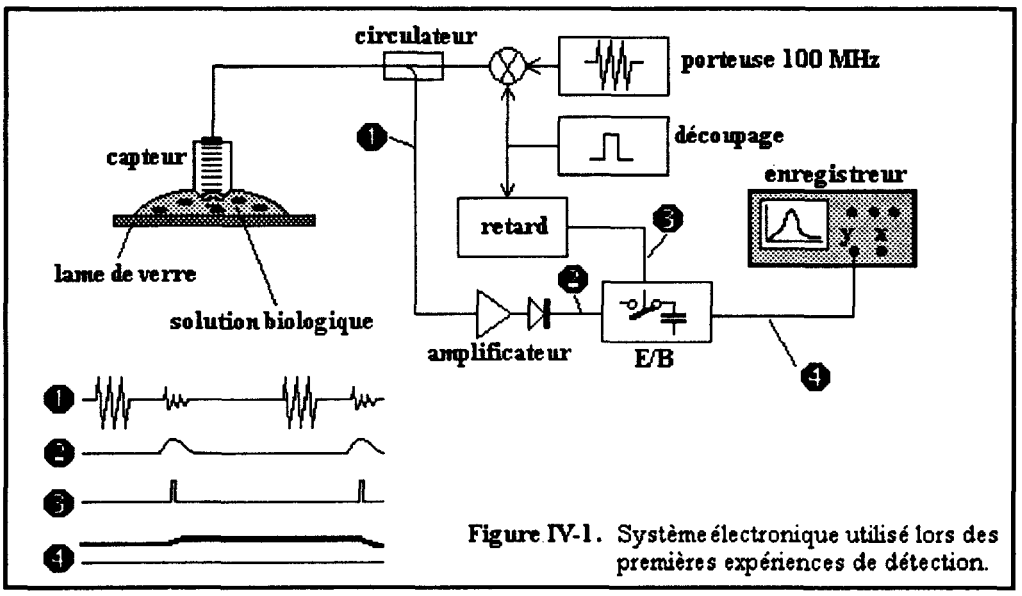


Figure IV-1. Système électronique utilisé lors des premières expériences de détection.

En l'absence de cellules (goutte d'eau pure), l'écho réfléchi sur la lame est nettement visible et l'enregistreur indique un signal constant. En plaçant une goutte de solution contenant des tétrahyménas sous le capteur, on constate des fluctuations du niveau enregistré. Ces fluctuations sont dues aux variations d'amplitude de l'écho réfléchi sur la lame de verre produites par l'absorption de l'énergie acoustique par une cellule lors de son passage dans le faisceau ultrasonore. La figure IV-2 montre un enregistrement typique obtenu lors d'une telle expérience.

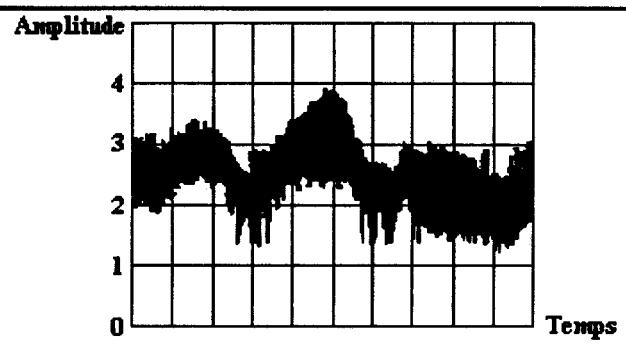


Figure IV-2. Enregistrement des fluctuations de l'écho sur la lame de verre pour une solution de trétrahyménas.

De façon à confirmer le fait que les fluctuations du signal enregistré étaient bien dues à la présence et au passage des cellules sous le capteur, nous avons injecté une substance anesthésiante dans la goutte de solution. A l'issue d'un temps très court, nous avons pu constater que les fluctuations avaient complètement disparu. L'enregistrement correspondant à cette situation est présenté à la figure IV-3

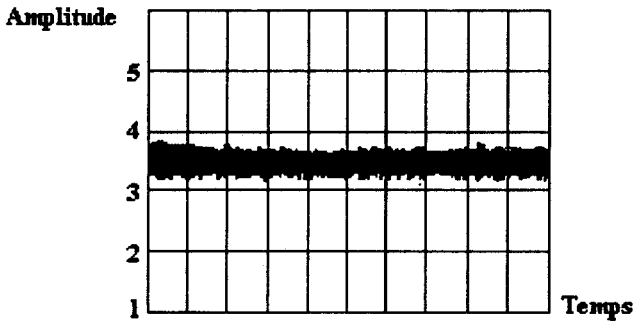


Figure IV-3. Enregistrement correspondant à la solution dans laquelle on a injecté un anesthésiant.

Si cette technique permet une visualisation aisée du passage des cellules dans le champ du capteur, elle souffre d'un mauvais rapport signal sur bruit en détection. Toutefois, dans le cas de particules faiblement réféchissantes mais absorbantes, l'emploi de cette méthode peut s'avérer nécessaire.

Ces premières constatations furent le point de départ de notre investigation en matière de comptage de particules à l'aide d'ultrasons haute fréquence et nous ont conduit l'élaboration d'un appareil travaillant en réflexion.

II-2 Détection directe par réflexion en volume

Par opposition à la méthode d'absorption exposée précédemment, nous avons envisagé la possibilité de détection des cellules en volume, c'est-à-dire par réflexion directe des ondes acoustiques sur celles-ci. Nous avons opéré avec le même système électronique que celui décrit précédemment, auquel nous avons adjoint, au point 4 de la figure IV-1, un comparateur et une unité de comptage permettant de comptabiliser les échos réfléchis sur les particules pendant une durée déterminée. Un capteur focalisé à **100 MHz** muni d'une ligne à retard en corindon, à l'extrémité de laquelle est taillé un dioptre sphérique de **1 mm** de rayon de courbure pour une ouverture angulaire de **±60°**, a été utilisé. De plus, une couche d'adaptation mécanique en trisulfure d'arsenic (As_2S_3) a été déposée sur le dioptre afin d'améliorer la transmission d'énergie acoustique au passage de celui-ci.

La solution biologique initiale a été diluée plusieurs fois de façon à observer le nombre de détections en fonction de la densité volumique de cellules dans le milieu. Pour chaque dilution, cette densité de particules a été estimée par comptage optique à l'aide d'une cellule de Nageote de **1/20 ml**. La fraction volumique α qui est, rappelons le, le rapport entre le volume occupé par les cellules V_{tcell} et le volume total de l'échantillon V_{tech} considéré, a été calculé en considérant une ovoïde représentant la forme de la cellule. Le volume d'une cellule a été estimé à $V_{cellule}=8{,}4.10^{-6}$ mm^3. Une moyenne sur **32** comptages de **10 s** a été réalisée pour chaque solution préparée. Les cellules possèdant leur mobilité propre grâce à leurs cils vibratiles, il n'est théoriquement pas nécessaire d'agiter la solution. Toutefois, comme il s'agit de cellules aérobies, celles-ci ont tendance à remonter à la surface de l'échantillon pour respirer, d'où la nécessité d'homogénéiser de temps à autre la suspension.

Le tableau ci-dessous présente les résultats de comptage optique n_{opt}, la densité volumique de particules déduite **n**, la fraction volumique α, le comptage acoustique ϕ_{ac} ainsi que la dispersion relative σ/ϕ_{ac} de ces comptages pour chaque dilution.

n_{opt} (1/20 ml)	n (mm^{-3})	α (%)	ϕ_{ac} (nb tops sur 10s)	$\frac{\sigma}{\phi_{ac}}$ (%)
219840	4396	3.7	301	3.6
168120	3362	2.8	237	5.8
123600	2472	2.1	171	8.4
101640	2033	1.7	151	7.8
93840	1877	1.6	140	8.9
75600	1512	1.3	119	10.2
68840	1377	1.1	95	10.9
52440	1049	0.9	85	11.8
42720	854	0.7	61	13.2
27480	550	0.5	39	13.8

Figure IV-4. Résultats obtenus par comptage des echos réfléchis sur les tétrahyménas.

La figure IV-5 montre la correspondance entre la densité volumique en tétrahyménas de la solution biologique et le nombre d'échos détectés par le système sur une durée de **10 s**. Les points sont figuratifs des comptages expérimentaux auxquels on a adjoint la droite de regression linéaire. Ces résultats montrent la très forte corrélation (coefficient de corrélation linéaire **r=0,997**) entre la densité volumique de particules et les comptages acoustiques, ce qui démontre le bien fondé de cette méthode.

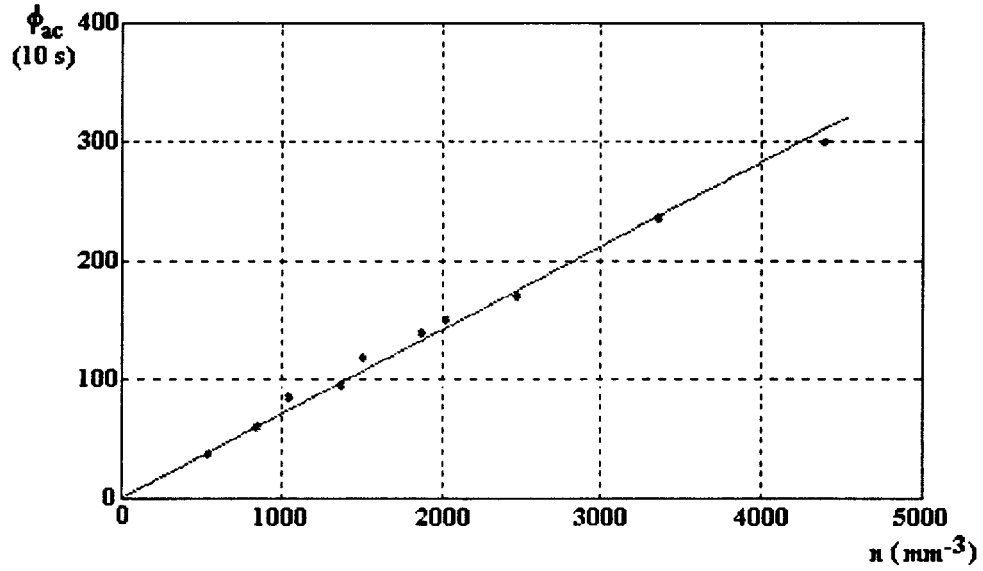


Figure IV-5. Comptages acoustiques en fonction de la densité volumique de tétrahyménas déterminée optiquement.

La précision statistique, définie par l'inverse de la dispersion relative des comptages acoustiques σ/ϕ_{ac} augmente lorsque la densité volumique de cellules croît. Cette évolution est présentée sur le graphe de la figure IV-6 On ne peut toutefois pas conclure hativement que ce comportement peut se généraliser à des densités volumiques plus élevées car nous devons remarquer que les expérimentations ménées concernent une plage de fractions volumiques relativement faibles (α<4%).

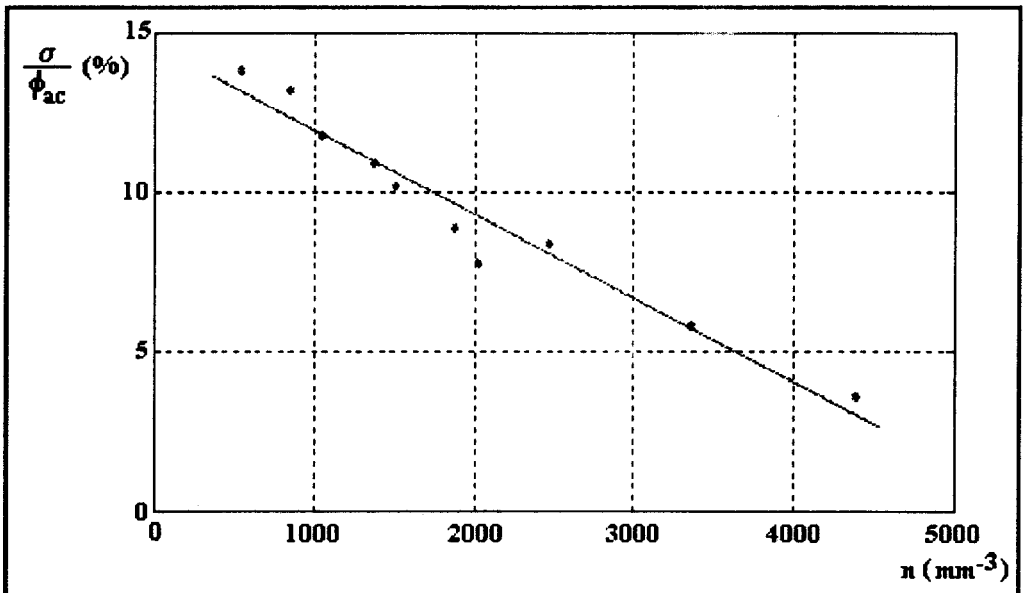


Figure IV-6. Evolution de la dispersion relative (précision statistique) en fonction de la densité volumique de particules.

Ces premiers résultats montrent clairement la validité du modèle linéaire envisagé au chapitre 3, reliant le flux de particule comptées acoustiquement ϕ_{ac} à la densité volumique **n** de particules en suspension:

$$\phi_{ac} = K'.n$$

Nous remarquerons ici que la vitesse des particules est considérée constante et qu'elle est directement intégrée dans le facteur de proportionnalité **K'**. En effet, la mobilité propre des cellules dans la suspension considérée garantit une vitesse moyenne de déplacement de ces cellules relativement indépendante de la concentration en deçà d'une valeur maximale. Ceci est dû au fait que la probabilité de choc entre particules pendant un intervalle de temps **dt** est relativement faible. Au delà d'une valeur critique de concentration, les chocs et les frottements deviennent importants et le mouvement global ne peut plus être considéré comme indépendant de la concentration de la population.

Moyennant une calibration du système permettant de déterminer la constante **K'** à l'aide d'une suspension étalon, il est donc possible, à l'aide de cette technique, de mesurer la densité volumique de cellules dans une suspension quelconque. L'intérêt de cette méthode réside dans le fait que l'on ne détecte que les particules mobiles donc vivantes. On peut donc envisager l'utilisation de ce système à la caractérisation en temps réel et sans manipulation intermédiaire du taux de survie d'une population cellulaire soumise à des facteurs chimiques (toxines ou médicaments).

Dans le but d'accroître la résolution spatiale de notre système, nous avons développé un capteur acoustique focalisé travaillant à **200 MHz**, dont les caractéristiques ont été décrites au cours du chapitre 2.

La difficulté majeure de la technique développée précédemment, est la faible rupture d'impédance entre la membrane lipidique des cellules et le milieu environnant que l'on peut assimiler à de l'eau. En effet, malgré une diversité importante des compositions lipidiques, leurs caractéristiques acoustiques sont proches de l'eau ce qui conduit à un coefficient de réflexion relativement faible. De façon à travailler dans des conditions de rupture d'impédance plus confortables que dans le cas des cellules précédentes, nous avons envisagé de caractériser notre prototype de compteur à l'aide d'étalons de granulométrie. De plus, de telles suspensions permettent de s'affranchir de la multiplication cellulaire naturelle du milieu qui, lors d'expériences de longue durée, peut être une source d'erreur. A titre d'exemple, la population d'une suspension de trétrahyménas double toutes les deux heures et demi environ à la température de 34°.

III- Résultats sur les étalons de granulométrie en latex

III-1 Expérimentations sur les sphères de latex

Notre choix s'est porté sur des étalons de granulométrie constitués de sphères de latex en suspension dans de l'eau légèrement savonneuse. Nous avons opéré sur cinq gammes granulométriques afin de valider notre méthode en fonction du facteur de taille. Les différents diamètres qui ont été utilisés sont: **5**, **10**, **20**, **40** et **90 µm**. Ces diamètres sont donnés avec une précision de l'ordre du **1/100 µm**. Pour chacune des ces tailles, nous avons fractionné les échantillons suivant cinq dilutions en volume notées $\mathbf{D_n=1}$, **1/2**, **1/4**, **1/8** et **1/16**. La solution $\mathbf{D_n=1}$ représente la suspension initiale non diluée, la solution $\mathbf{D_n=1/2}$ représente une dilution en volume d'un facteur 2, etc... La figure IV-7 montre, à titre d'illustration, une vue au microscope d'une des solutions non diluée (sphères de **20 µm**).

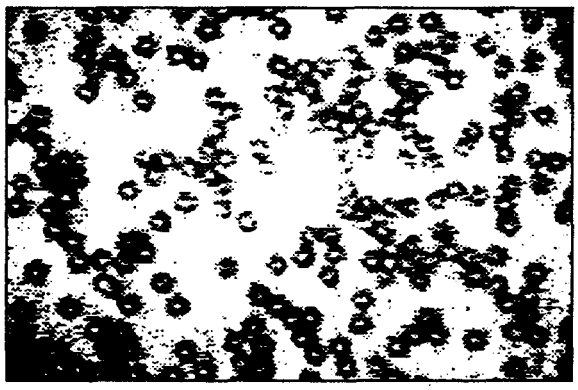


Figure IV-7. Suspension de sphères de Latex de 20 µm non diluée D_n=1.

De façon à se prémunir des diverses erreurs pouvant survenir lors des dilutions, nous avons estimé, pour chacune de celles-ci, la densité volumique de particules **n** par comptage optique à l'aide d'une cellule de Nageote.

Comme il s'agit de particules inertes, nous avons dû procéder à une agitation artificielle de la suspension à l'aide d'un agitateur mécanique rotatif. Du fait de la géométrie cylindrique des porte-échantillons, nous avons positionné le capteur en biais de façon à rompre autant que possible la symétrie de révolution et à permettre une meilleure homogénéisation de la suspension (figure IV-8).

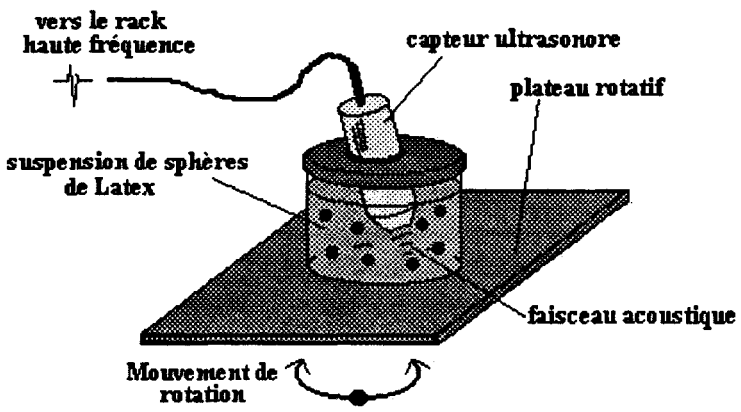


Figure IV-8. Montage expérimental pour les mesures sur les suspensions de sphères de Latex.

Pour chaque diamètre et chaque dilution nous avons effectué **200** comptages de **10** secondes chacun. Les résultats présentés portent sur la moyenne des comptages de paquets N_p ramenés à l'unité de temps (**1s**). De façon à obtenir une information statistiquement représentative, nous avons construit, pour chaque résultat de comptage, une estimation par intervalle de la moyenne des comptages effectués. On se reportera à l'annexe 3-1 pour une description succinte du principe de cette estimation. Pour chaque mesure, nous avons déterminé un intervalle de confiance au seuil de **99%** encadrant la moyenne. Le seuil de confiance représente la probabilité que la moyenne réelle de la mesure se trouve dans l'intervalle ainsi construit.

Nous présentons également les résultats de regression linéaire **[TOM]** effectué sur les comptages en fonction de la densité volumique **n**, puisque nous cherchons à ajuster nos résultats au modèle linéaire liant le flux de particules **n** à ces comptages. Les réseaux de courbes présentés dans les pages suivantes (figures IV-9 et IV-10) résument, de façon synthétique, l'évolution de N_p

en fonction de **n** pour les différentes granulométries utilisées. Pour les particules de diamètre supérieur à **20 µm**, nous avons représenté en trait plein la droite de régression complète sur toutes les données et en trait pointillé celle ne prennant pas en compte les fortes concentrations.

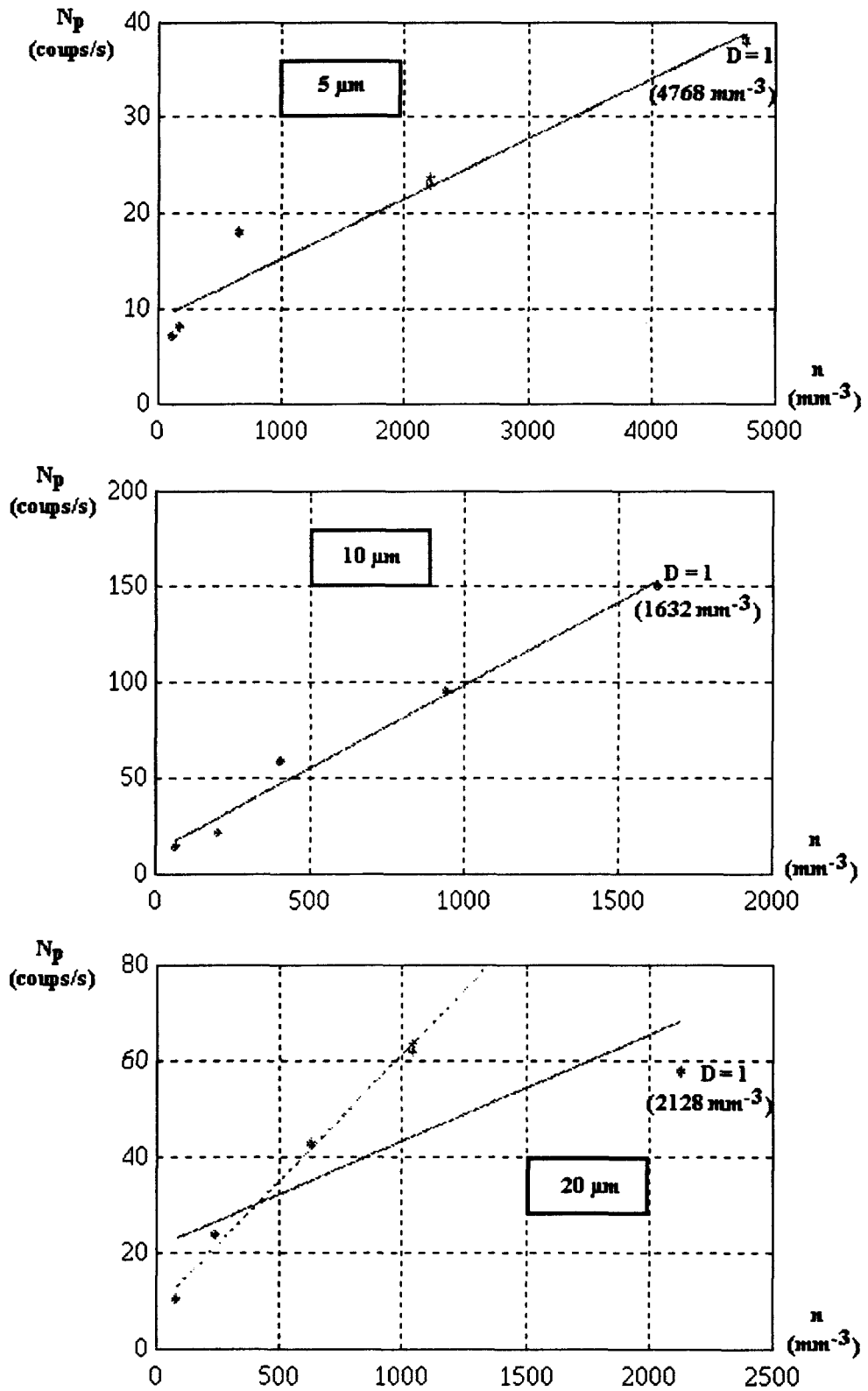


Figure IV-9. Evolution des comptages des paquets N_p en fonction de la densité volumique de particules mesurée optiquement.

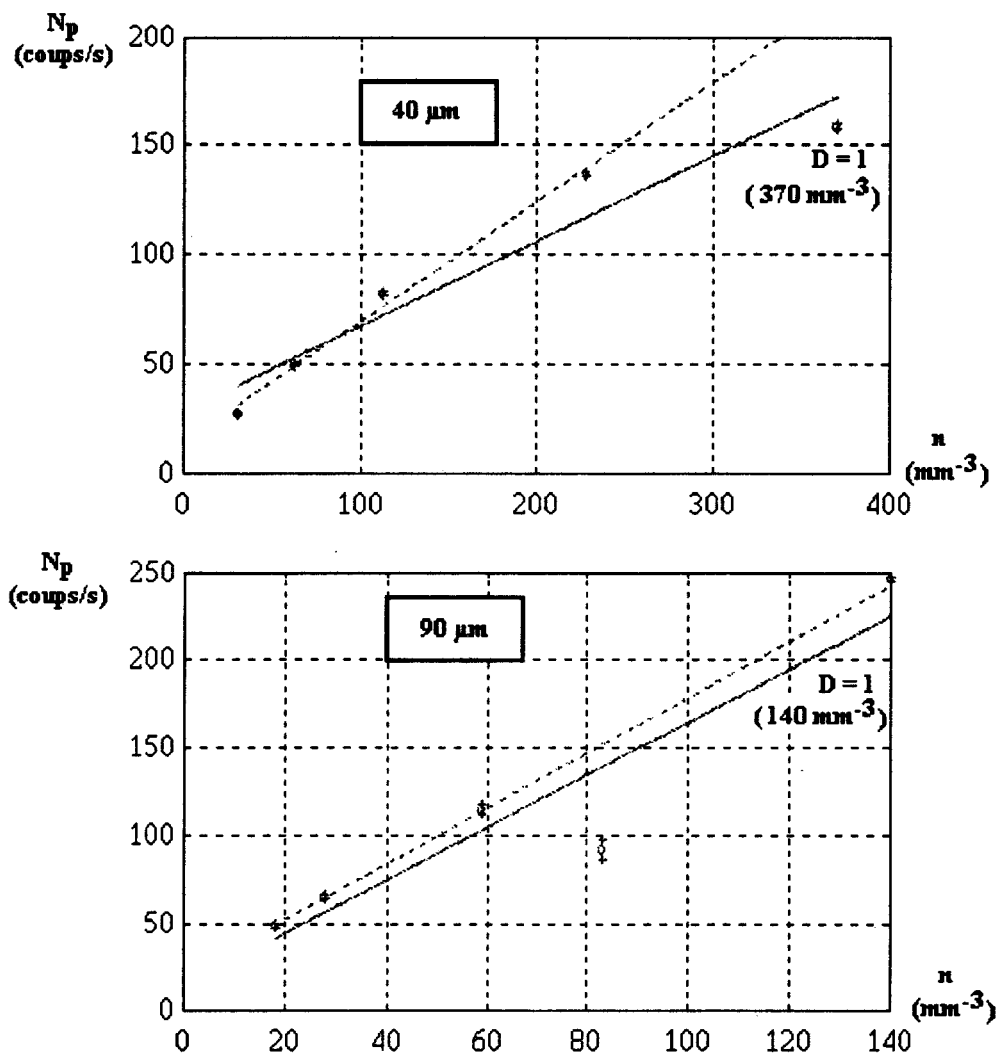


Figure IV-10. Evolution des comptages des paquets N_p en fonction de la densité volumique de particules mesurée optiquement.

Ces résultats montrent, de façon générale, l'excellente fidélité du principe vu la taille des intervalles de confiance présentés sur les graphes mais peu visibles car trop faibles. En moyenne, on obtient des dispersions relatives (précision statistique) sur les comptages inférieures à **5%**. Dans la suite, on ne s'intéressera qu' au nombre de paquets par seconde N_p, celui-ci représentant le nombre de particules qui a effectivement circulé par unité de temps dans le volume d'analyse. Nous donnons dans le tableau suivant les résultats des régressions linéaires effectuées sur la fonction $N_p(n)$. L'existence d'une valeur non nulle de l'ordonnée à l'origine comparativement au modèle $N_p=K'.n$ vient de la difficulté de réaliser des comptages aux très faibles densités volumiques. En effet, de telles mesures ne sont pas envisageables sans augmenter de façon prohibitive le temps de comptage de manière à obtenir une erreur statistique acceptable du fait de la faible probabilité de détection. Toutefois, nous constatons, pour les sphères de diamètres supérieurs ou égaux à **20 µm** et pour les concentrations élevées, une cassure dans l'évolution du comptage. Cette rupture de pente se produit à partir de concentrations d'autant plus faibles que le diamètre des particules augmente. Nous avons ajouté, dans le tableau ci-après (figure IV-11), les régressions calculées uniquement sur les faibles concentrations pour les granulomètries

concernées: **20 µm**, **40 µm** et **90 µm** (données corrigées dans le tableau). Sur les graphes, les droites de régression correspondant aux faibles concentrations sont dessinées en traits pointillés.

ϕ_{ac}		N_t	N_p	EQ: Droite de régression. corr: Coefficient de corrélation.	
5 µm	EQ.	$N_t = 16 + 0{,}012\,n$	$N_p = 9 + 0{,}006\,n$		
	corr.	r = 0,88	r = 0,97		
10 µm	EQ.	$N_t = 36 + 0{,}21\,n$	$N_p = 12 + 0{,}09\,n$	Données corrigées (derniers points)	
	corr.	r = 0,97	r = 0,99	N_t	N_p
20 µm	EQ.	$N_t = 58 + 0{,}03\,n$	$N_p = 21 + 0{,}02\,n$	$N_t = 25 + 0{,}12\,n$	$N_p = 9 + 0{,}05\,n$
	corr.	r = 0,64	r = 0,81	r = 0,98	r = 0,99
40 µm	EQ.	$N_t = 147 + 0{,}9\,n$	$N_p = 29 + 0{,}39\,n$	$N_t = 87 + 1{,}6\,n$	$N_p = 15 + 0{,}54\,n$
	corr.	r = 0,89	r = 0,96	r = 0,98	r = 0,99
90 µm	EQ.	$N_t = 57 + 6{,}5\,n$	$N_p = 14 + 1{,}5\,n$	$N_t = 95 + 7\,n$	$N_p = 20 + 1{,}6\,n$
	corr.	r = 0,85	r = 0,94	r = 0,99	r = 0,99

Figure IV-11. Résultats des régressions linéaires sur les comptages tops et paquets.

On retrouve, en ne considérant que les données aux faibles densités volumiques, des coefficients de corrélation comparables à ceux obtenus pour les sphères de **5 µm** et **10 µm**. Comme la densité volumique de particules dépend du type de solution examinée, nous avons cherché à caractériser ce phénomène à l'aide de paramètres relatifs. Nous présentons ci-après (figures IV-12, IV-13, IV-14 et IV-15), les comptages des paquets en fonction de la fraction volumique α et du rapport entre l'espacement moyen **** et le diamètre **d** des particules. Sur ces courbes, les zones grisées correspondent à l'intervalle de confiance en chaque point. L'espacement moyen est estimé selon un modèle de répartition cubique dans lequel les particules sont situées au centre de cubes de dimensions égales à cet espacement. On trouvera à l'annexe 4-1, les définitions des différents paramètres avec lesquels nous travaillons au cours de ce chapitre (densité volumique, espacement moyen, fraction volumique,....).

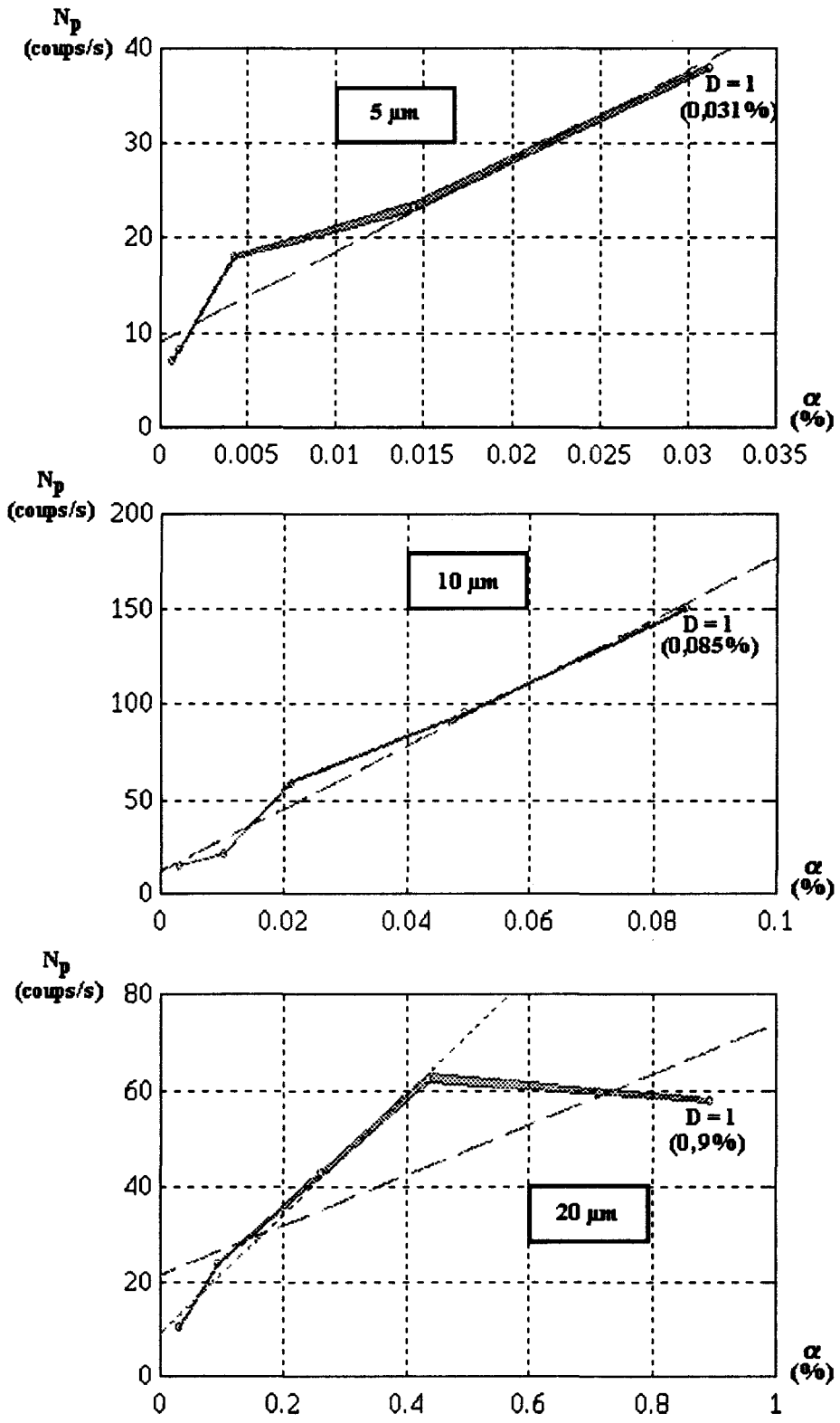


Figure IV-12. Evolution des comptages paquets N_p en fonction de la fraction volumique.

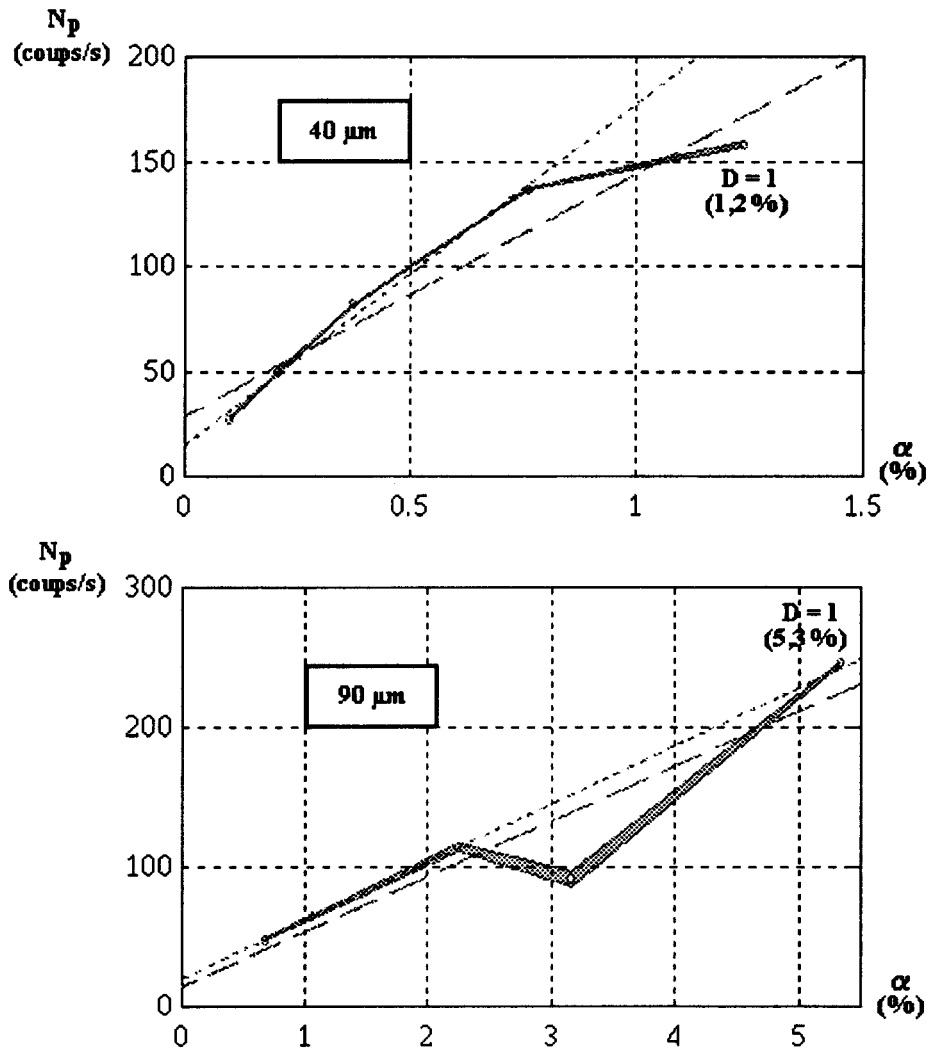


Figure IV-13. Evolution des comptages paquets N_p en fonction de la fraction volumique.

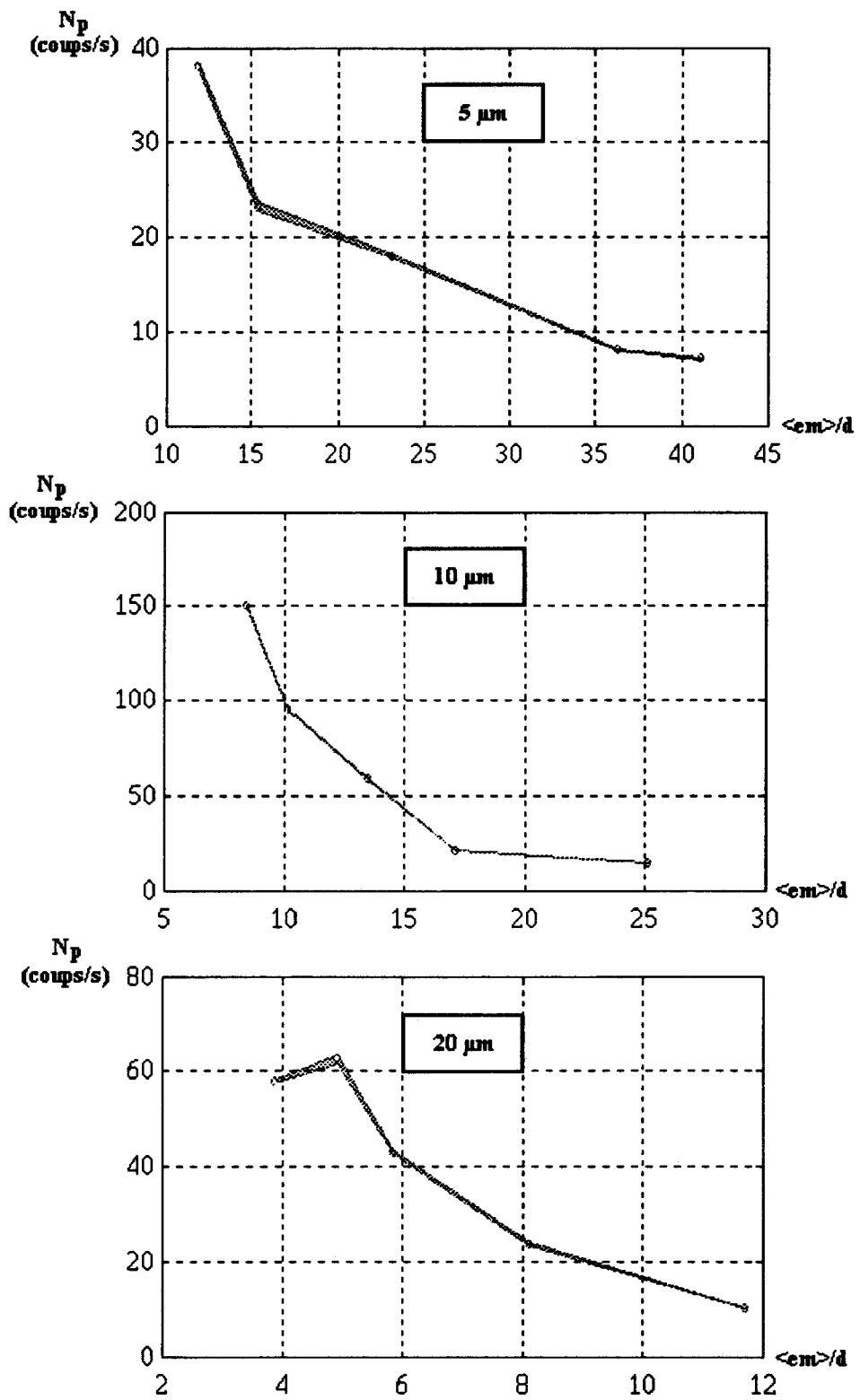


Figure IV-14. Evolution du comptage paquets Np en fonction du rapport entre l'espacement moyen et le diamètre des particules.

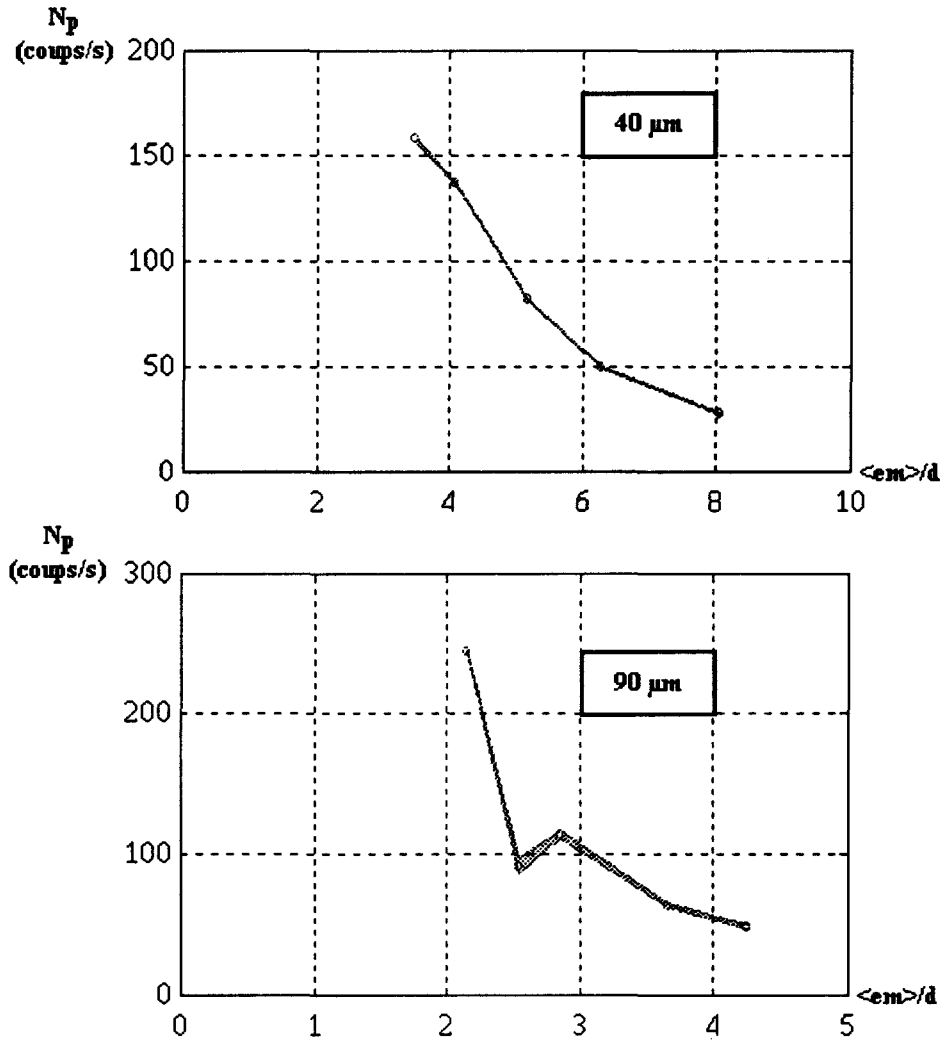


Figure IV-15. Evolution du comptage paquets Np en fonction du rapport entre l'espacement moyen et le diamètre des particules.

III-2 Etude de la rupture de pente sur les granulométries 20, 40 et 90 µm.

Comme nous l'avons indiqué dans le paragraphe précédent, nous constatons une rupture de pente dans l'évolution des comptages par rapport au modèle linéaire envisagé. Cette rupture se produit pour les suspensions de **20, 40 et 90 µm** et les valeurs de la fraction volumique crtique α_c correspondantes sont:

$$d = 20\ \mu m \Rightarrow \alpha_c = 0{,}43\ \%$$
$$d = 40\ \mu m \Rightarrow \alpha_c = 0{,}76\ \%$$
$$d = 90\ \mu m \Rightarrow \alpha_c = 2{,}25\ \%$$

Un certain nombre de problèmes pouvant engendrer une différence par rapport au modèle linéaire ont été répertoriés. Nous allons évoquer dans les paragraphes suivants quelques un d'entre eux. Le premier est inhérent à la propagation des ultrasons en milieux hétérogènes et concerne la dégradation de la focalisation dans ces milieux en fonction de la concentration, par des

phénomènes de diffusion. Deux autres sont liés, d'une part, aux caractéristiques hydrodynamiques des suspensions de particules inertes et en particulier au phénomène de viscosité et, d'autre part, aux conditions d'agitation mécanique forcée nécessaire au maintien d'un état d'homogénéité de cette suspension. Le dernier, enfin, est le problème d'agrégation des particules constaté lors des campagnes de comptage.

III-2-1 Caractérisation de la dégradation du faisceau en milieu hétérogène

Un des problèmes essentiels dans la technique de comptage que nous nous proposons d'évaluer réside dans la focalisation du faisceau acoustique dans la suspension. En effet, la suspension analysée est un milieu hétérogène à deux phases dont l'une est constituée du fluide porteur ou milieu matrice et l'autre par les particules que l'on cherche à détecter. Il est évident que ces dernières doivent posséder une impédance acoustique différente du milieu matrice pour pouvoir être comptées par réflexion. Dans notre système, nous ne prenons en compte dans la détection que les particules traversant le foyer du capteur. Puisque ce capteur est plongé dans la solution, la présence de particules entre le dioptre et le foyer va dégrader la focalisation du champ acoustique dans le milieu. De façon à caractériser ce phénomène, nous avons repris les résultats obtenus à partir d'un modèle de diffusion de phonons par les particules **[PER84]**.

Différents travaux sur la propagation en milieux hétérogènes ont montré que l'énergie diffusée par la deuxième phase du milieu, en l'occurence les particules en suspension, donne naissance à une onde incohérente. La fraction d'énergie acoustique traversant le milieu sans perturbation constitue l'énergie cohérente.

Dans notre système, seule l'énergie cohérente participe à la construction du foyer, élément essentiel pour la détection. On peut calculer, à l'aide du modèle de diffusion de phonons, une grandeur caractéristique du milieu dite longueur de cohérence L_0. Cette distance correspond au trajet de l'onde acoustique qui donne un niveau d'onde incohérente égal au niveau d'onde cohérente. Pour des distances supérieures à L_0, la construction de phase n'est plus possible. Notons enfin que ce modèle est valable pour les milieux à forte diffusion omnidirectionnelle.

Lorsque le niveau d'énergie incohérente est élevé, la longueur de cohérence est donnée par:

$$L_0 \cong \frac{1}{\alpha} \log_e \frac{2\pi L_{pm} S_c \beta}{3\lambda^2}$$

Où: α est le coefficient d'atténuation en onde cohérente.

$\alpha = \alpha_m + \alpha_h$ avec α_m: coefficient d'absorption dans le milieu matrice.

α_h: coefficient d'absorption due aux hétérogénéités.

$L_{pm} = 1/(\gamma.n)$ est le libre parcours moyen des phonons.

γ est la section efficace de diffusion d'une particule seule.

n est la densité volumique de particules.

S_c est la surface de la source acoustique.

λ est la longueur d'onde dans le milieu matrice.

$\beta=\sqrt{(3.\alpha_m/L_{pm})}$ est le coefficient d'atténuation en ondes incohérentes.

Nous ne cherchons pas à quantifier de façon précise la dégradation de la focalisation mais simplement à obtenir un ordre de grandeur qui permette de donner une indication sur le régime de

fonctionnement du système en fonction de la granulométrie de la suspension et de la densité de population des éléments diffusants.

Nous avons calculé cette longueur de cohérence $\mathbf{L_0}$ pour chaque solution et tracé les résultats de comptages acoustiques (nombre de paquets $\mathbf{N_p}$) en fonction de $\mathbf{L_0}$. Pour mener à bien ce calcul, nous avons émis un certain nombre d'hypothèses simplificatrices que nous devons préciser ici. Vue la fréquence à laquelle nous travaillons (**200 MHz**), la longueur d'onde est inférieure au diamètre des particules pour les granulométries concernées par le phénomène de rupture de pente et le produit **ka** (où **k** est le nombre d'onde dans le milieu et **a** le rayon d'une particule) varie dans la fourchette de **8** à **38**. Dans ces conditions, la section efficace de diffusion γ d'une particule sphérique tend vers le double de la section géométrique S_G de la particule. Ceci nous permet de déterminer un ordre de grandeur pour γ sans avoir à en entreprendre le calcul qui est relativement complexe **[TRU]**. Nous avons donc considéré:

$$\gamma = 2.S_G \quad \text{avec} \quad S_G = \pi.a^2$$

Pour la surface de la source acoustique, nous avons pris la surface de la calotte sphérique du capteur:

$$S_c = 2.\pi.R_l^2.[1-\cos(\theta_{max})]$$

Où: $\mathbf{R_l}$ est la rayon de courbure de la calotte.

$\boldsymbol{\theta_{max}}$ est l'ouverture angulaire.

Le libre parcours moyen $\mathbf{L_{pm}}$ utilisé dans l'expression de la longueur de cohérence est établi dans le cas de particules fixes. En effet, la vitesse de déplacement des particules étant négligeable par rapport à la vitesse des phonons (vitesse des ultrasons), le milieu peut être considéré comme quasi immobile par rapport à ces derniers.

Le réseau de courbes de la figure IV-16 présente les résultats obtenus pour les différentes dilutions de chaque granulométrie.

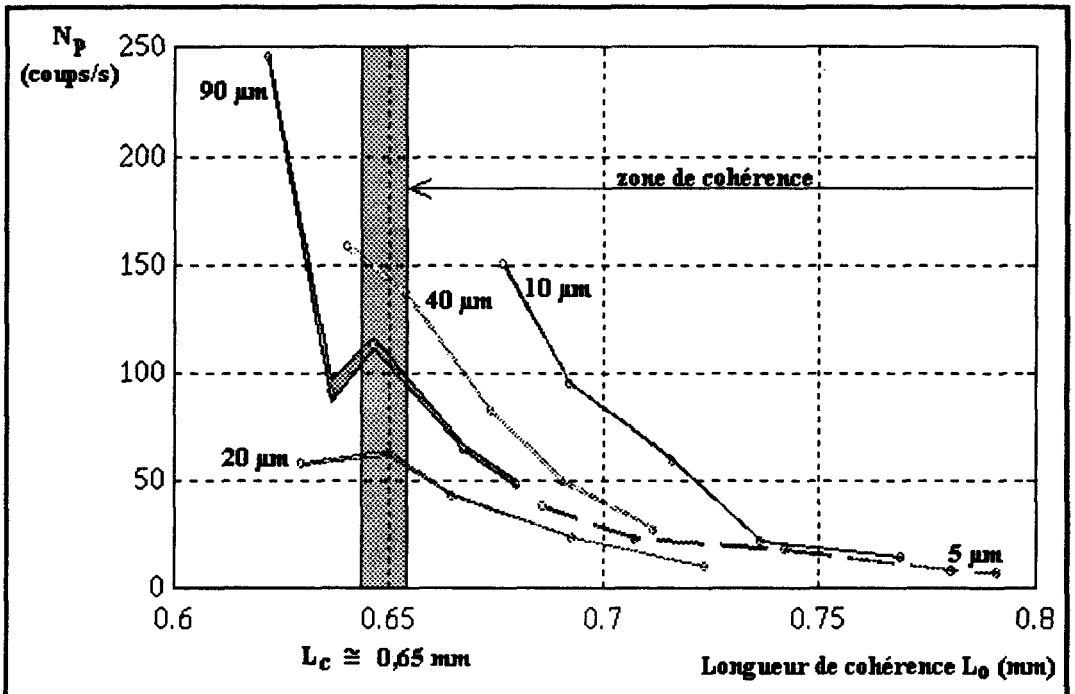


Figure IV-16. Mise en évidence de la longueur de cohérence définissant la zone de validité du modèle linéaire.

Il apparaît clairement sur ces courbes, que les suspensions de granulométrie **20, 40** et **90 µm** présentent une rupture de pente par rapport au modèle linéaire de comptage que nous avons proposé au troisième chapitre. Cette cassure se produit à une valeur de longueur de cohérence $\mathbf{L_c \cong 0{,}65}$ **mm** sensiblement identique pour les trois suspensions considérées. Nous remarquons que cette valeur est proche de la distance focale du capteur qui est d'environ **0,6 mm**. En effet, nous pouvons considérer que, si la longueur de cohérence est inférieure à la focale du capteur, la construction du foyer ne sera pas possible et que le principe de détection proposé n'est pas envisageable. Le paramètre de longueur de cohérence constitue donc une donnée caractéristique des limites de fonctionnement du comptage de particules à l'aide d'ondes focalisées.

La différence observée entre $\mathbf{L_c}$ et la distance focale **f** peut être attribuée, d'une part, aux hypothèses simplificatrices émises pour le calcul de $\mathbf{L_c}$ et, d'autre part, au fait que le critère d'égalité entre le niveau cohérent et le niveau incohérent définissant la longueur de cohérence ne représente pas une condition rigoureuse dans le processus de dégradation du foyer.

Si nous rapprochons ces résultats de ceux obtenus pour les tétrahyménas, nous constatons que, dans ce dernier cas, nous n'observons pas ce phénomène dans la gamme de densités volumiques comparables à celle des suspensions de sphères de latex. En effet, la rupture d'impédance sur les tétrahyménas est beaucoup plus faible que sur les échantillons de latex et il faudrait augmenter la concentration en cellules pour que la rupture de pente puisse être observée si toutefois l'absorption ne prédomine pas sur les effets de la diffusion.

III-2-2 Phénomènes liés à la viscosité des suspensions

Si les phénomènes de diffusion limitent fortement les caractéristiques de fonctionnement de notre système en concentration maximale admissible, il nous faut évoquer ici les problèmes liés au comportement hydrodynamique des suspensions analysées. En effet, pour les suspensions de particules inertes, nous sommes amenés à agiter mécaniquement celles-ci afin d'empêcher la

sédimentation des particules par gravité et à assurer ainsi l'homogénéité du milieu. Dans le troisième chapitre, nous avons montré que le flux de particules comptées acoustiquement était intimement lié à la vitesse moyenne **v** des particules: ϕ_{ac}=**K.n.v**. Si la vitesse des particules est constante, le comptage acoustique est effectivement proportionnel à la densité volumique **n** de particules. Or, cette vitesse, communiquée aux particules par agitation mécanique, dépend de la viscosité globale de la suspension. Cette viscosité met en jeu des phénomènes complexes dont on trouvera une description succinte dans l'annexe 4-2 **[WOL]**. La viscosité de la suspension dépend de nombreux facteurs et notamment de la concentration en particules. Pour des domaines de concentrations raisonnables, la dépendance de la viscosité avec la concentration peut être approchée par un développement du second ordre. Si la viscosité augmente, de nombreux modèles sont envisagés par différents auteurs. Lorsque cette concentration est très faible, on peut admettre l'hypothèse d'une concentration indépendante de la densité volumique de particules et égale à la viscosité du solvant. Les frottements visqueux des particules sur le solvant joue un rôle particulièrement important. Pour une sphère dans un écoulement laminaire, les travaux de Stockes ont montré que la force de frottement était proportionnelle à la viscosité du solvant η_s, au diamètre de la particule **d** et à la vitesse **v**:

$$F_v = 3.\pi.\eta_s.d.v$$

En fait cette expression est valable pour un écoulement imposé autour de la sphère. Notre cas de figure est plus complexe en ce sens que les différentes variables intervenant dans ces phénomènes sont couplées. La force de viscosité devient importante lorsque le diamètre des particules augmente, ce qui a pour effet de rendre plus faible le brassage de la suspension d'où une diminution de la vitesse moyenne des particules. Par contre, ces frottements dissipent de l'énergie sous forme de chaleur qui élève la température de la suspension, ce qui a pour effet de diminuer la viscosité du solvant. En conclusion, pour une vitesse maintenue constante sur l'agitateur mécanique, il est très difficile, pour les suspensions de particules de diamètre important, de garantir des conditions de brassage constantes quelle que soit la dilution envisagée.

D'autres phénomènes peuvent également apparaître lors de l'agitation. Le frottement des particules sur le fluide peut provoquer l'apparition de charges électriques sur les particules qui, modifiant les potentiels d'interaction, engendrent un accroissement de la viscosité globale par phénomène d'électroviscosité.

III-2-3 Problèmes liés à l'agitation mécanique de la suspension

La troisième difficulté rencontrée lors de nos expériences de comptages sur les particules inertes est liée aux mécanismes d'agitation de la suspension. Cette agitation est nécessaire pour permettre d'éviter le phénomène de sédimentation des particules et assurer l'homogénéité du milieu. Le tracé de l'évolution des comptages en fonction du temps (mode 'graphe de dispersion') a permis de mettre en évidence des périodicités relativement lentes et dont la fréquence dépend de la vitesse d'agitation. Le graphe de la figure IV-17 illustre une telle observation qui présente deux périodicités. Cet exemple montre clairement qu'il s'agit de variations déterministes des comptages et non de fluctuations statistiques qui sont naturelles de par le principe de mesure que nous utilisons.

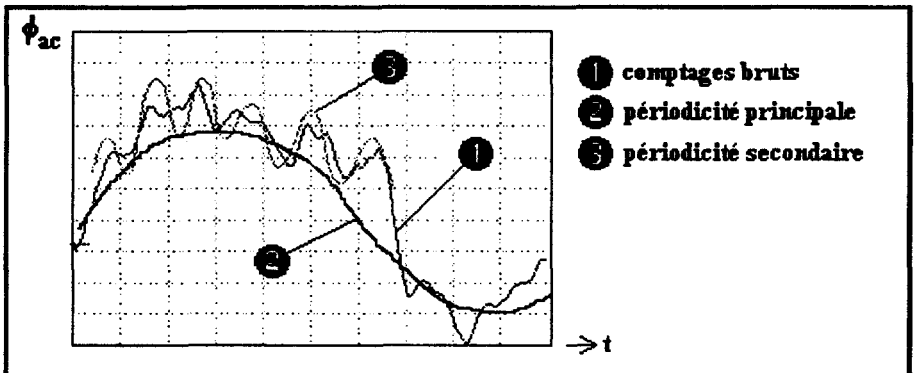


Figure IV-17. Périodicités observées sur les comptages en fonction du temps.

Nous avons attribué ce phénomène à des modes de vibration du porte-échantillons contenant la suspension. En effet, ces modes provoquent une agitation non-homogène de la suspension créant ainsi des gradients de densité volumique de particules. Les zones de faibles et de fortes concentrations se déplacent et, en passant devant le capteur, provoquent les fluctuations de comptages observées. La figure IV-17 correspond à une agitation de la suspension à l'aide d'un agitateur rotatif. Nous avons pu confirmer nos hypothèses sur ce problème en modifiant les conditions d'agitation de la suspension. Nous avons couplé à l'agitateur rotatif, un vibreur en translation de façon à rompre la symétrie de révolution du système. Le graphe de la figure IV-18 montre l'évolution des comptages réalisés sur la même durée avec la même suspension.

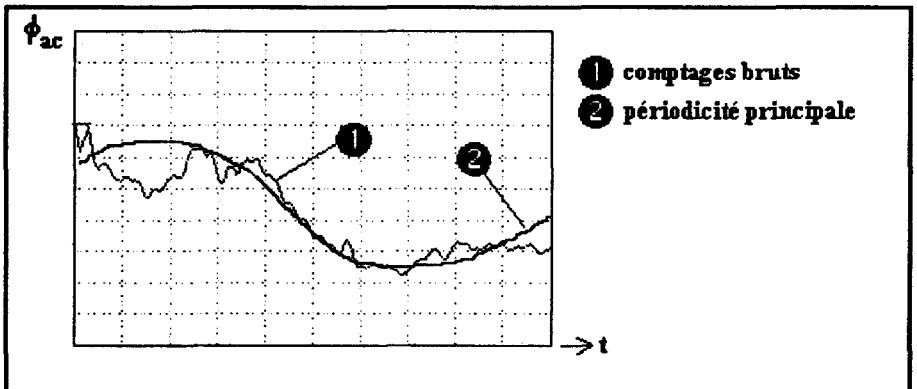


Figure IV-18. Périodicités observées sur les comptages en fonction du temps.

Nous constatons que les fluctuations rapides observées sur la figure IV-18 ont pratiquement disparu alors que la périodicité principale, plus lente, subsiste. Nous avons testé une grande variété de configurations d'agitation qui nous ont permis de mettre en évidence les difficultés qu'il y avait à obtenir une homogénéisation parfaite de la suspension.

Toutefois, un temps de comptage suffisamment long qui intègre plusieurs périodicités permet d'obtenir des résultats de comptages dont la tendance centrale reflète bien le cas où l'homogénéisation est correcte.

III-2-4 Agrégation des particules

Nous avons également constaté l'apparition d'agrégats sous certaines conditions d'agitation. Ce phénomène a pu être mis en évidence en examinant, pour chaque série de comptage, l'évolution du nombre de tops par paquets $N_{tp}=N_t/N_p$ en fonction du temps. Cette grandeur caractérise, rappelons-le, le nombre moyen de réflexions sur une même particule. Bien que la longueur de transit d'une particule dans le foyer (définie au troisième chapitre) ne puisse pas être définie de

façon simple, on constate que le nombre moyen de tops par paquets N_{tp} augmente globalement avec le diamètre des particules, comme le montre le relevé expérimental de la figure IV-19.

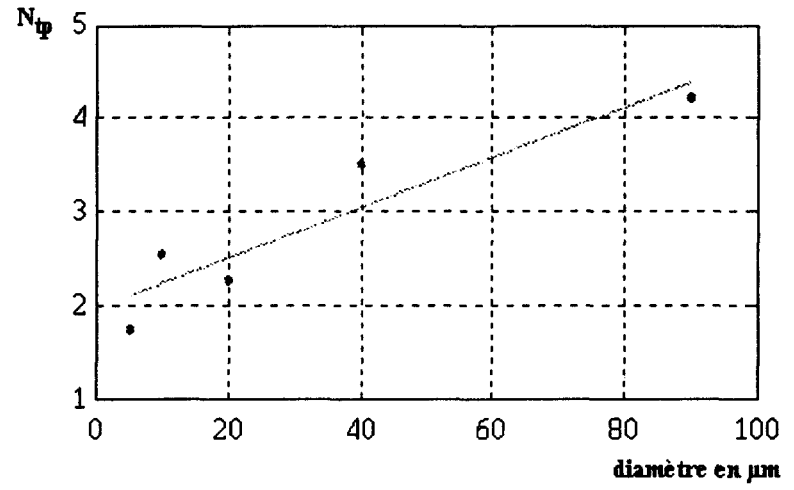


Figure IV-19. Evolution du nombre de tops par paquet en fonction de la granulométrie.

Pour une granulométrie donnée et dans des conditions d'agitation fixées, la grandeur N_{tp} fluctue autour d'une valeur moyenne $<N_{tp}>$. Lors du passage de particules de dimensions plus importantes, qui correspondent aux agrégats, des pics apparaissent dans l'évolution de N_{tp} comme le montre l'exemple de la figure IV-20.

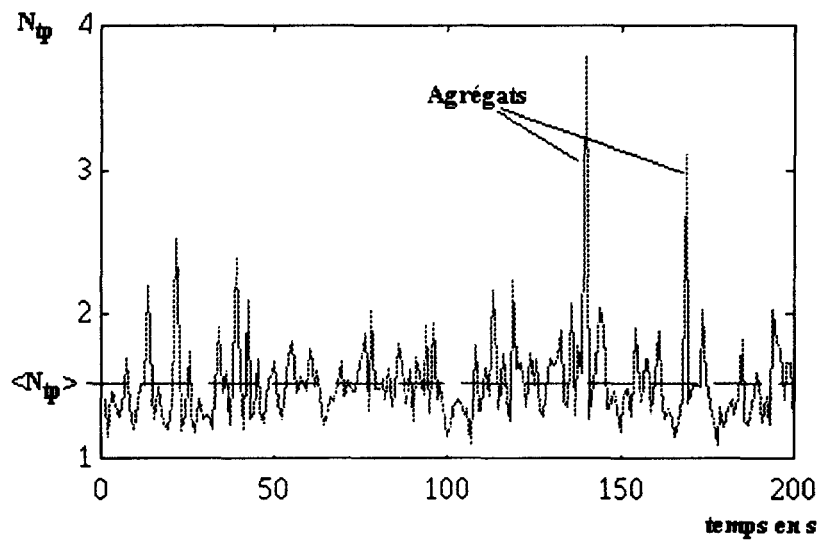


Figure IV-20. Evolution du nombre de tops par paquet en fonction du temps et détection d'agrégats.

La représentation en histogramme de la distribution des N_{tp} permet de mettre en évidence ce phénomène. Nous illustrons ci-après, trois situations typiques extraites de nos expérimentations.

L'histogramme de la figure IV-21 correspond au cas d'une suspension ne présentant pas d'agrégat. Le caractère unimodal et relativement symétrique de cette distribution montre une répartition homogène des valeurs N_{tp} autour d'une moyenne $<N_{tp}>$ qui coïncide avec le mode de la distribution. Cette situation est caractéristique d'une suspension monodisperse.

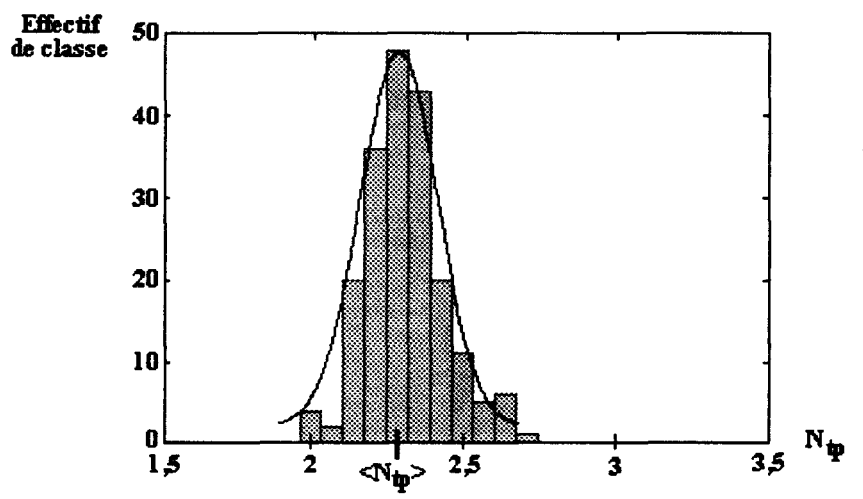


Figure IV-21. Histogramme du nombre de tops par paquets N_{tp} pour une suspension ne présentant pas d'agrégat.

La figure IV-22, par contre, montre une distribution dissymétrique qui peut s'interpréter comme une distribution multimodale mélangée. Elle comprend, en effet, un mode principal qui correspond à la granulométrie de la suspension et deux modes secondaires dus à la présence d'agrégats. Toutefois, cette situation est difficile à interpréter clairement compte tenu de la difficulté à mettre en évidence la présence des deuxième et troisième modes qui peuvent correspondre à des agrégats de petite taille (quelques particules).

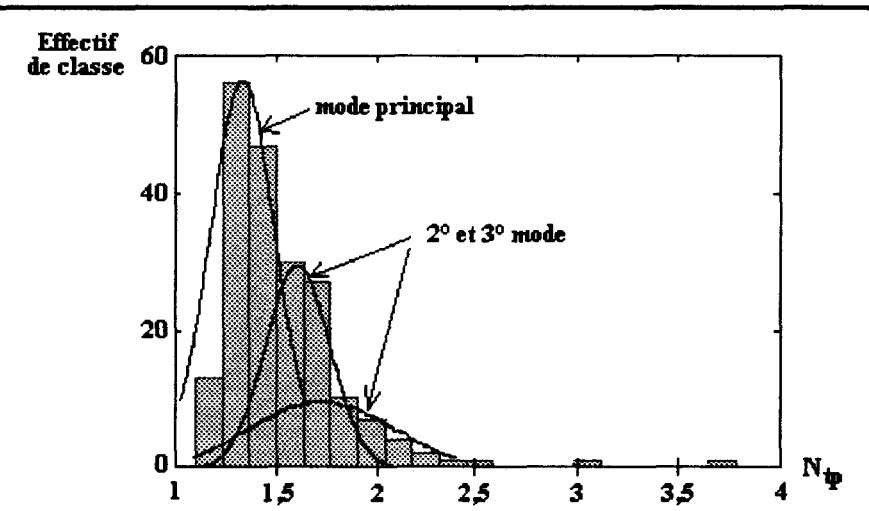


Figure IV-22. Histogramme du nombre de tops par paquets pour une suspension présentant des agrégats de petites tailles.

Finalement, le troisième cas, présenté sur la figure IV-23, montre également le mélange de deux modes (mode principal et 2° mode) mais avec un troisième mode bien séparé de l'ensemble de l'histogramme. Cette situation caractérise la présence d'agrégats de taille importante.

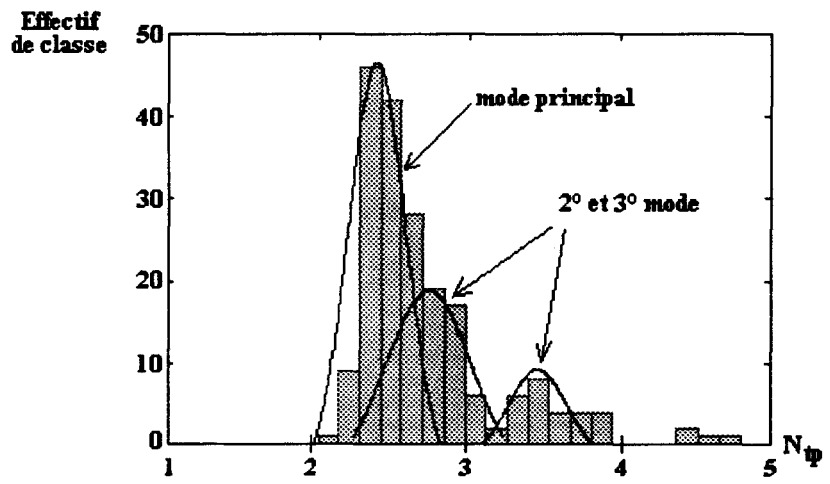


Figure IV-23. Histogramme du nombre de tops par paquets pour une suspension présentant des agrégats de grandes tailles.

Le phénomène d'agrégation de particules a pu être visualisé au microscope. A titre d'illustration, la figure IV-24 montre une suspension diluée de sphères de **20 µm** présentant un agrégat de particules. La figure IV-25 montre un agrégat en cours de formation.

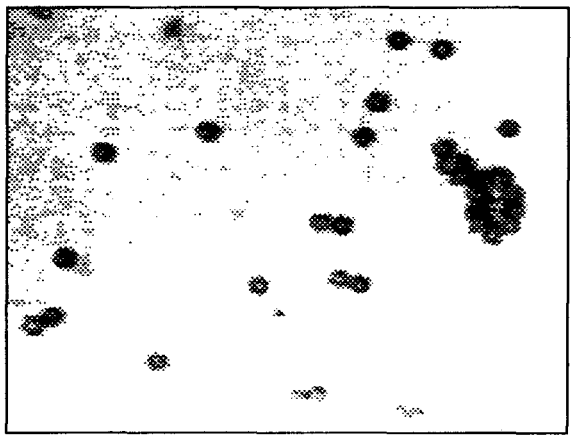


Figure IV-24. Processus d'agrégation des particules

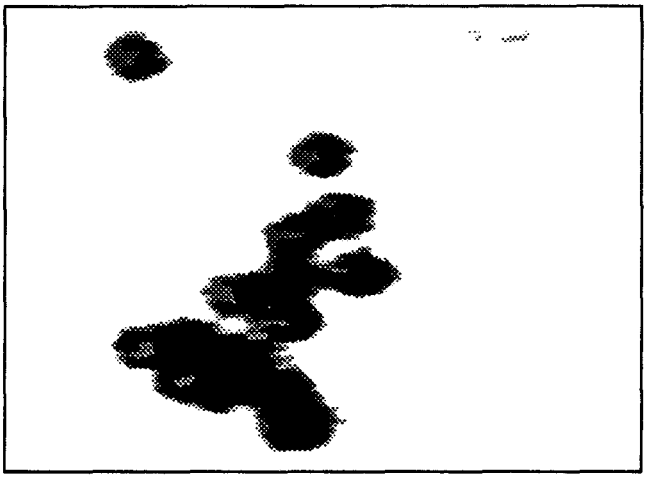


Figure IV-25. Zoom sur un agrégat en formation.

La présence d'agrégats a pour effet, d'une part, d'accroître la viscosité de la suspension puisque la surface offerte est plus importante et, d'autre part, de fausser le comptage acoustique du fait que les particules ne sont plus individualisées.

IV- Comptage globulaire sanguin - Application à la mesure de l'hématocrite

IV-1 Introduction

De façon à valider notre système en milieux biologiques, nous avons entrepris de caractériser l'évolution des comptages, réalisés acoustiquement, en fonction de la concentration en hématies (globules rouges) dans le sang à diverses dilutions, le but final étant une mesure de l'hématocrite par ultrasons. L'hématocrite sanguin **H** est défini comme la fraction volumique globulaire d'un échantillon de sang:

$$H = n.V_H$$

Où **n** est la densité volumique en hématies.
V_H est le volume d'une hématie.

Dans la suite de ce chapitre, nous désignerons l'hématocrite du sang total (non dilué) par H_{st} et celui du sang dilué par H_{sd}.

A notre connaissance, un seul système permet la mesure de l'hématocrite par voie acoustique **[BER81]**. Ce système est basé sur un principe totalement différent puisqu'il consiste à mesurer le temps de vol d'une impulsion ultrasonore dans la colonne d'hématies obtenue dans un tube à essais après centrifugation.

L'hématocrite constitue un paramètre fondamental qui permet d'apprécier rapidement l'état d'hémoconcentration ou d'hémodilution relatif à certaines pathologies, en attendant une analyse physico-chimique plus poussée.

Nous présentons, dans ce paragraphe, les résultats que nous avons obtenu sur le comptage des globules rouges. Hormis l'intérêt biomédical évident, le sang présente, de par sa forte concentration en hématies (hématocrite du sang total: H_{st}**=45 à 50%**), la possibilité d'explorer une très large gamme de concentrations cellulaires par hémodilution. Ceci nous a donc permis de tester les limites de fonctionnement de notre système.

On pourra se reporter à l'annexe 4-3 qui présente, de façon succinte, quelques propriétés physiques importantes du sang.

IV-2 Comptage globulaire

Nous avons opéré un ensemble de dilutions à partir du sang total de façon à obtenir une gamme d'hématocrites $\mathbf{H_{sd}}$ allant de $\mathbf{H_{st}/2}$ à $\mathbf{H_{st}/16384}$ c'est-à-dire $\mathbf{H_{sd}=0{,}003\%}$ à $\mathbf{H_{sd}=23\%}$. Les dilutions sont effectuées à l'eau physiologique qui permet d'une part, de ne pas déteriorer les hématies et, d'autre part, d'améliorer les conditions de détection en diminuant l'absorption visqueuse par rapport à une hémodilution plasmatique.

Nous avons pu vérifier la loi de proportionnalité $\phi_{ac}=\mathbf{K.H_{sd}}$ reliant l'hématocrite du sang à diverses dilutions et le comptage acoustique, pour des faibles valeurs de facteur de $\mathbf{H_{sd}}$ allant de **0,003%** à **0,05%** qui correspondent à des facteurs de dilution du sang total de **1/16384** à **1/1024** respectivement. Ces résultats sont illustrés sur la figure IV-26 qui montre une excellente corrélation au modèle linéaire sur les quatre premières valeurs de l'hématocrite (courbe 1) et une dégradation de cette corrélation à partir d'un hématrocrite limite $\mathbf{H_{sd}^C}$ (courbe 2).

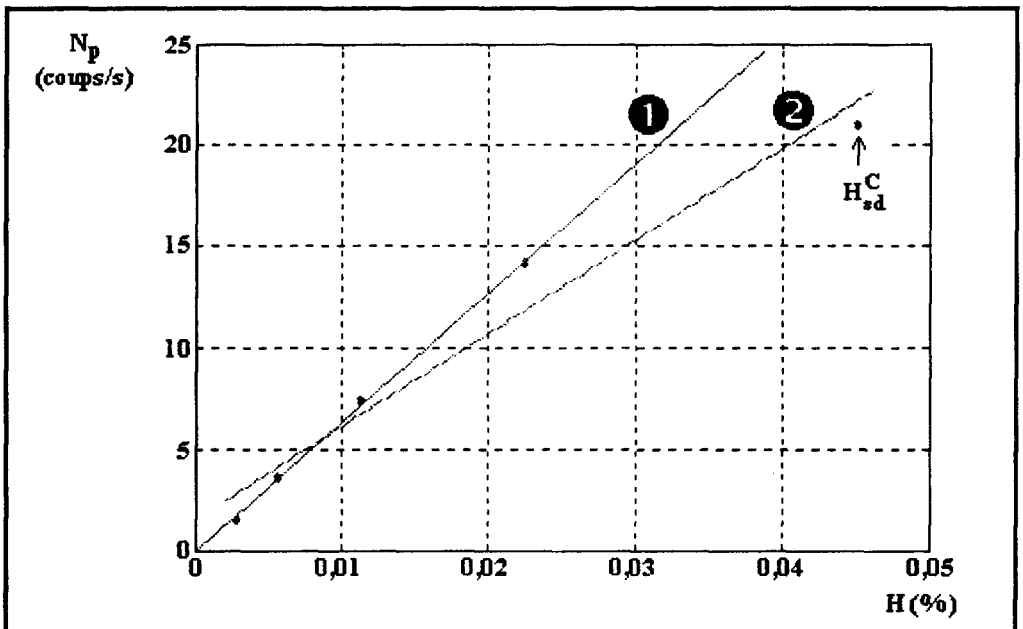


Figure IV-26. Comptages acoustiques N_p en fonction de l'hématocrite pour le sang dilué.

Nous avons poussé notre investigation plus loin et conjointement aux dilutions précédentes, nous avons réalisé des comptages globulaires jusqu'à un hématocrite de **23%** correspondant au sang total dilué par 2. Nous présentons ces résultats sur la figure IV-27 où la zone grisée correspond à l'intervalle de confiance en chaque point de mesure. Nous retrouvons sur ce graphe, la zone de concentration où le fonctionnement du compteur est correct jusqu'à une valeur critique de l'hématocrite $\mathbf{H_{sd}^C \cong 0{,}05\%}$ qui correspond à la dilution **1/1024**. Au delà de cette valeur, la loi de proportionnalité n'est plus vérifiée et le taux de détection s'effrondre complètement.

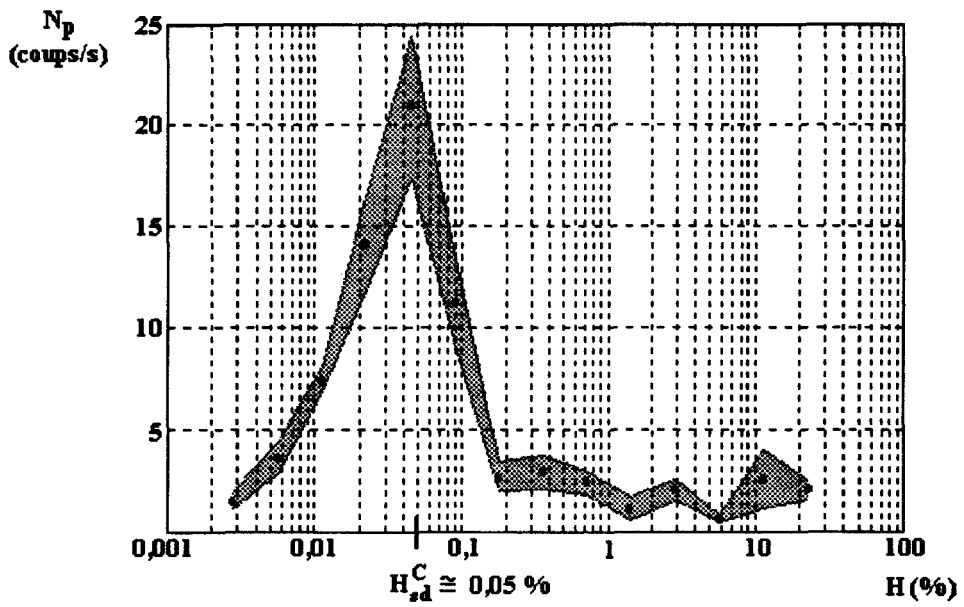


Figure IV-27. Comptages acoustiques N_p dans le sang pour une gamme d'hématocrite allant de 0,003 à 23%.

Nous avons également évalué la longueur de cohérence pour chaque valeur de l'hématocrite des diverses dilutions de sang. Les différentes valeurs des coefficients d'atténuation dans le sang et dans le plasma ont été déterminées au sein de notre laboratoire **[TOU92]**. La courbe de la figure IV-23 montre l'évolution du rapport $\mathbf{n/N_p}$ (rapport entre la densité volumique en hématies du sang et le comptage acoustique) en fonction de la longueur de cohérence $\mathbf{L_0}$. Dans cette représentation, la zone de cohérence est traduite par un rapport $\mathbf{n/N_p}$ constant qui correspond à des valeurs d'hématocrites telles que la longueur de cohérence soit supérieure à la longueur critique $\mathbf{L_c \cong 0{,}65}$ **mm**. Nous trouvons ici, une valeur sensiblement identique à celle déterminée dans le cas de suspension de sphères de latex. En dessous de cette valeur critique, le niveau d'énergie incohérente prédomine et la focalisation ne peut plus être assurée d'une manière correcte ce qui conduit à un comportement erratique du compteur.

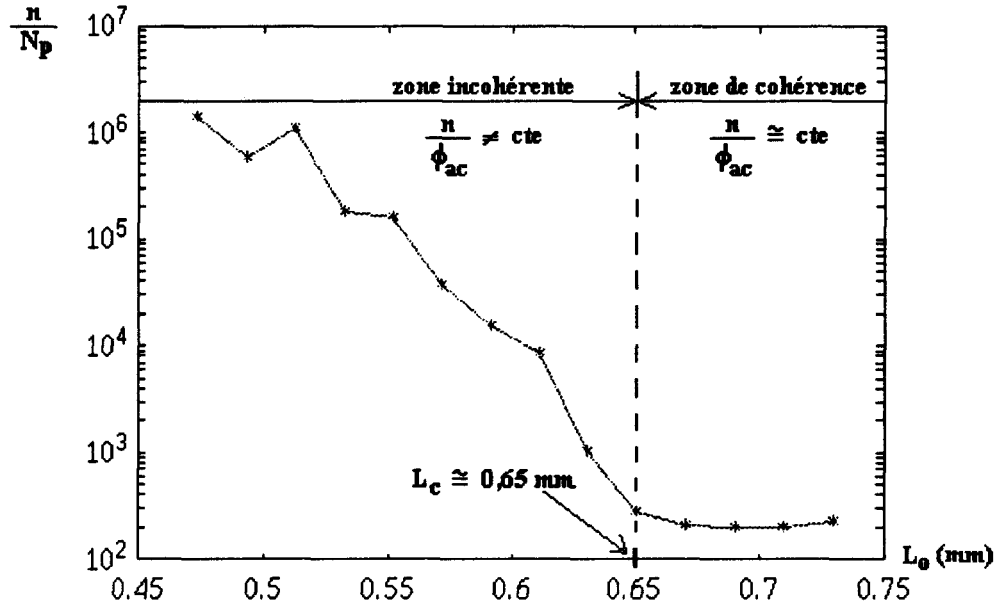


Figure IV-28. Rapport entre la densité volumique en hématies et le flux de particules comptées acoustiquement en fonction de la longueur de cohérence.

V- Détermination du facteur de proportionnalité K dans le modèle linéaire

Si l'on se réfère au modèle linéaire de comptage établi au troisième chapitre, la constante de proportionnalité **K** entre le flux de particules ϕ_{ac} comptées acoustiquement et le produit de la densité volumique de particules en suspension **n** et la vitesse moyenne **v** de celles-ci, ne dépend que de la géométrie du volume d'analyse:

$$K = \pi.(W+d).P/4$$

Où: **W** est la largeur de la tache focale du capteur.
P est la profondeur de champ.
d est le diamètre des particules.

A vitesse constante, le nombre de paquets N_p d'impulsions par unité de temps comptés acoustiquement est proportionnel à la densité volumique **n**:

$$N_p = K'.n$$

Cette relation n'est valable, à vitesse constante, que dans l'hypothèse où toute particule traversant le volume d'analyse, est détectée. Or les conditions de détection sont très complexes et dépendent notamment du pouvoir réflecteur des particules, de la concentration qui conditionne le niveau d'énergie au foyer (diffusion, absorption) et de la façon dont les particules traversent le volume d'analyse.

D'autre part, le comportement hydrodynamique des suspensions de particules inertes agitées mécaniquement est très complexe (annexe 4-2) et le maintient d'une vitesse particulaire rigoureusement constante, n'est pas envisageable de façon réaliste.

Compte-tenu de ces remarques, le facteur de proportionnalité dépend fortement du contexte expérimental et doit être déterminé par étalonnage pour des conditions de travail fixées.

VI- Conclusion

Nous avons, dans ce chapitre, présenté l'ensemble des résultats de comptage de particules que nous avons obtenu avec divers milieux en suspension. Dans un premier temps, nous avons exposé les résultats obtenus à l'aide d'un premier système de comptage simplifié dont l'élaboration a fait suite à la mise en évidence de la possibilité de détection de cellules biologiques par absorption d'énergie acoustique. Ces premières expériences ont permis de vérifier expérimentalement le modèle linéaire de comptage à partir du flux de particules à travers le volume d'analyse défini par la géométrie du capteur.

De façon à se placer dans des conditions de réflexion plus confortables, une campagne de mesures sur des étalons de granulométrie, composés de suspension de sphères de latex, a été entreprise avec un large échantillonnage de diamètres et de concentrations. Ces milieux ont permis d'évaluer les potentialités du prototype que nous avons réalisé. Les résultats montrent une bonne fidélité du sytème aux faibles concentrations volumiques. Lorsque la concentration augmente, nous avons observé des ruptures dans le modèle qui nous ont permis de dégager un ensemble de problèmes liés, soit aux propriétés des suspensions, soit à la dégradation du faisceau acoustique. En ce qui concerne ce dernier, nous avons exploité les résultats d'un modèle simple de diffusion de phonons pour définir un paramètre limitatif du système en concentration: la longueur de cohérence.

Nous avons également montré la possibilité de détecter, de façon très simple, la présence d'agrégats dans le milieu. Si le phénomène d'agrégation se trouve être un handicap majeur au niveau du comptage, sa détection, par contre, constitue une source d'applications potentielles importante.

Nous avons ensuite porté notre intérêt sur le comptage globulaire sanguin en vue d'un suivi de l'hématocrite. De la même manière, le système s'est avéré fidèle jusqu'à une limite supérieure de concentration en hématies. Le comptage dans le sang nous a permis d'explorer un gamme très large de concentrations et de déterminer, également, une longueur de cohérence définissant un hématocrite maximal limitant le fonctionnement du compteur.

Chapitre 4

Bibliographie

[BER81] D. Bertin, J.P. Morucci, H. Couzi, P. Valdiguié
"Lecture automatique par ultrasons du taux d'hématocrite sanguin après centrifugation".
ITBM, vol 2, n° 3, p323-332, 1981.

[BOR90] J. Borzeix, J. Doffin, G. Garnaud, F. Lancella, R. Perrault
"Les propriétés rhéologiques, ioniques et électrocinétiques du sang".
Sciences du vivant, n° 1, "La dynamique du vivant", p36-53,
Epidaure 1990.

[JON84] J.P. Jones, S. Leeman
"La caractérisation des tissus biologiques par ultrasons".
Acta Electronica, vol 26, n° 1-2, p3-31, 1984.

[PER84] J.M. Perdigao
"Optimisation du contrôle ultrasonore des milieux hétérogènes".
Thèse 3° cycle, Université de Valenciennes, 1984.

[SHU] K.K. Shung, R.A. Sigelmann, J.M. Reid
"Angular dependence of scattering of ultrasound from blood".
IEEE Trans. Biomed. Eng., vol BME-24, n° 4, p325-331, 1977.

[TOM] R. Tomassone, S. Audrain, E. Lesquoy-de- Turckheim
"La régression: Nouveaux regards sur une ancienne méthode statistique".
I.N.R.A., Actualités scientifiques et agronomiques, n° 13, Masson.

[TOU92] M. Toubal, E. Radziszewski, M. Asmani, M. Ourak, F. Lefèbvre
"High frequency ultrasonic characterization of biological media".
Acoustical Imaging. Soumis à publication..

[TRU] R. Truell, C. Elbaum, B.B. Chick
"Ultrasonic methods in solid state physics".
Academic Press, 1969.

[WOL] C. Wolff
"Viscosité".
Techniques de l'ingénieur, R2350.

CONCLUSION GENERALE

Conclusion générale

Nous avons présenté, dans ce mémoire, l'ensemble des travaux que nous avons mené dans le domaine du comptage de particules par ultrasons focalisés. Les premiers résultats obtenus à 100 MHz ont permis, d'une part, de montrer la possibilité de détecter des cellules biologiques (tétrahyménas) directement dans le milieu de culture et, d'autre part, de valider un modèle linéaire de comptage très simple, reliant la densité volumique de particules dans le milieu et le nombre de détections effectuées par unité de temps.

L'utilisation d'ultrasons haute fréquence focalisés nous a conduit à faire une synthèse sur les modélisations des champs focalisés qui se sont traduites par des simulations employant divers outils, dont nous avons pu tester les performances. En complétant ces modèles par des méthodes expérimentales adaptées, nous nous dotons d'un outil simple, mais puissant, permettant une caractérisation de la géométrie optimale de nos capteurs pour nos applications de comptage. De plus, les calculs des cartes de champs, réalisés dans le cas de milieux homogènes, isotropes et non absorbants, nous ouvrent des perpectives futures de modélisation, d'une part de la propagation des ultrasons focalisés en milieux hétérogènes et, d'autre part, des perturbations d'ordre mécanique et thermique apportées au milieu examiné.

En nous appuyant sur les résultats encourageants des premières expérimentations, nous avons donc été amené à développer un appareil de comptage simple et performant. Ce système regroupe toutes les fonctions haute fréquence permettant l'exploration d'une large plage de fréquence et les fonctions d'acquisition, de traitement statistiques et de visualisation des données de comptage. Un apport informatique important réalise l'automatisation de l'ensemble des opérations longues et fastidieuses inhérentes aux comptages statistiques.

Cet appareil nous a permis d'entreprendre de nombreuses expérimentations, qui nous ont conduit à en évaluer les performances. A cet effet, nous avons pu mettre en évidence, grâce au paramètre de longueur de cohérence, les limites de fonctionnement en concentration du système. Ce paramètre, établi à l'aide d'une théorie simplifiée de diffusion de phonons, correspond au trajet de l'onde au delà duquel le niveau d'énergie incohérente, liée à la diffusion, domine et il n'est alors plus possible de focaliser le faisceau dans de bonnes conditions. Nous avons retrouvé, dans les différents milieux explorés, des longueurs de cohérence de l'ordre de la distance focale du capteur.

Les comptages sur des suspensions de particules dépourvues de mobilité propre (sphères de latex) nous ont fait prendre conscience des problèmes liés à ces milieux. Nous avons vu, au cours du troisième chapitre, qu'intervenait, dans le modèle linéaire de comptage, la vitesse des particules. Du fait de l'agitation mécanique nécessaire dans le cas de particules inertes, les phénomènes de viscosité, liés aux forces de frottement des particules sur le fluide et à la vicosité intrinsèque de ce dernier, introduisent une dépendance de la vitesse avec la concentration et la granulométrie, problème qui est pratiquement inexistant dans le cas de cellules biologiques pourvues d'une mobilité propre. D'autre part, les frottements produisent une diminution de la viscosité du solvant par dissipation thermique et une augmentation de la viscosité globale de la suspension par électroviscosité.

L'agitation mécanique artificielle pose un autre problème, lié à la géométrie du récipient porte-échantillon. En effet, nous avons constaté, lors de nos expériences, l'apparition de périodicités dans les comptages au cours du temps produites par des gradients de concentrations mobiles. L'origine de ces périodicités a pu être attribuée aux modes de vibration du récipient en modifiant les conditions d'agitation, ce qui démontre les difficultés d'obtenir une homogénéisation parfaite du milieu.

La présence d'agrégats a également pu être détectée à l'aide de notre système, ceux-ci ayant pour effets d'accroitre la viscosité de la suspension et de modifier les comptages, puisque les particules ne sont plus individualisées. Si le phénomène d'agrégation altère les résultats de comptage, la possibilité de détection de ceux-ci offre néamoins de très larges potentialités d'applications dans la caractérisation de certaines réactions ou en granulométrie.

Finalement, nous avons effectué des comptages sur le sang humain afin de mettre en évidence l'aptitude de notre système à mesurer l'hématocrite, qui constitue un paramètre fondamental dans l'étude de certaines pathologies. Le sang présente pour nous, un intérêt particulier. Du fait de sa très forte concentration en hématies (45% à 50%), il est possible, par hémodilution, d'explorer une large gamme de concentrations permettant de cerner avec précision les limitations du système. C'est ainsi que nous avons pu déterminer un hématocrite limite de 0,05% (dilution par 1000 du sang total) pour la géométrie utilisée. Cette valeur de l'hématocrite correspond à une longueur de cohérence de l'ordre de la distance focale du capteur.

Le comptage de particules par ultrasons haute fréquence focalisés ouvre de nombreuses applications dans tous les domaines faisant appel au contrôle des suspensions. Particulièrement en biologie, cette méthode possède de nombreux avantages, tels que la possibilité de travailler directement dans le milieu de culture sans prélèvement, sans subtances additives ni altération du milieu et de contrôler les suspensions optiquement opaques. L'ensemble de ces points particuliers conduisent à un appareil simple et peu coûteux ne nécessitant pas de tubulures complexes et fragiles.

Actuellement, notre système fonctionne en comptage relatif du fait que nous n'avons pas un accès direct au paramètre de mobilité des particules présent dans le modèle de comptage. Nos travaux se poursuivent dans ce sens par le développement d'un module de vélocimétrie par temps de vol qui doit permettre dans un très proche avenir d'estimer la vitesse moyenne des particules en suspension.

ANNEXES

- Annexe 1-1 -

Etude simplifiée des compteurs optiques à obturation de lumière

Le photo-détecteur utilisé ne possède pas un temps de réponse infiniment court. Il est donc sensible à la vitesse de passage des particules devant le détecteur (reliée au débit de la suspension) et à la cadence de passage de deux particules successives (reliée à la concentration). On représente sur la figure A1-1-1, la réponse idéale du détecteur au passage d'une particule.

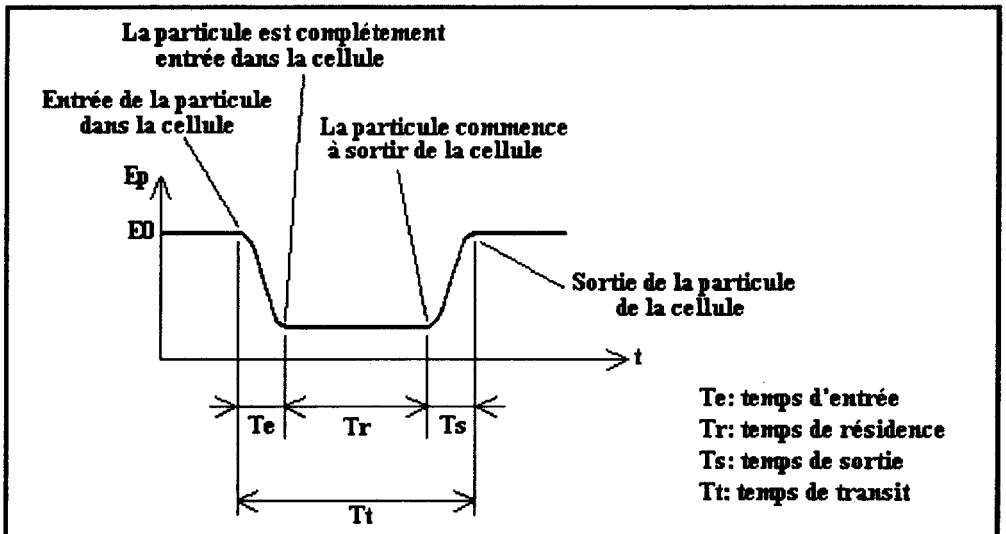


Figure A1-1-1. Réponse idéale du détecteur au passage d'une particule.

Le signal du détecteur commence à changer dès que la particule entre dans la zone de détection et reste constant tant que celle-ci demeure dans la cellule. Dès que la particule sort de la cellule, le signal se rétablit à la valeur E_0. Ce profil idéal ne tient pas compte du temps de réponse du photo-détecteur. Le temps de transit T_t est fonction du débit de fluide dans la cellule de détection. On suppose que le temps de montée T_m et le temps de descente T_d du détecteur et de la circuiterie associée sont identiques, et l'on note ce temps T_{md}. On suppose également que le temps d'entrée et le temps de sortie de la particule sont identiques $T_e = T_s$.

Le temps de résidence de la particule, qui correspond à la durée pendant laquelle celle-ci est entièrement dans la cellule de détection, est évidemment:

- $$T_r = T_t - 2.(T_e + T_{md})$$

Où $T_e = D_p / V_p$
$T_t = (L_a + D_p)/ V_p$
$V_p = Q_f / A_f$

D_p est le diamètre de la particule.
L_a est la longueur du volume d'analyse.
V_p est la vitesse de la particule (constante et uniforme sur toute la section).
Q_f est le débit de fluide.
A_f est la section de l'écoulement.

Ce qui conduit pour le temps de résidence, à l'expression:

$$T_r = A_f (L_a - D_p) / Q_f - 2T_{md}$$

Le cas limite correspond à $T_r = 0$, soit un temps de réponse du détecteur égal à:

$$T_{md} = A_f (L_t - D_p) / 2Q_f$$

Pour une géométrie donnée (A_f, L_a = cste) et pour une suspension monodisperse (D_p = cste), le débit maximum admissible est directement proportionnel à la réponse en fréquence du détecteur:

$$Q_f \approx 1 / T_{md}$$

Et en particulier, le débit est maximum lorsque le diamètre des particules est négligeable devant la longueur du volume d'analyse, soit:

$$Q_f^{max} = A_f L_a / 2T_{md}$$

Pour une suspension monodisperse uniforme de particules sphériques, la cadence de comptage maximum N_{max} est :

$$N_{max} = 1 / T_t$$

Soit encore:

$$N_{max} = Q_f / (L_a + D_p)A_f$$

Et dans le cas où le diamètre des particules est négligeable devant L_a:

$$N_{max} = Q_f^{max} / L_a A_f$$

Où $L_a A_f$ est le volume de la cellule d'analyse.

Cette expression montre que la cadence de comptage maximale est définie par le rapport entre le débit de la suspension et le volume de la cellule d'analyse. En termes de réponse en fréquence

du détecteur, la cadence maximale de comptage est définie par deux fois le temps de réponse T_{md}:

$$N_{max} = 1 / 2T_{md}$$

La concentration de particules est définie comme étant le nombre de particules par unité de volume ou encore le rapport entre la cadence de comptage et le débit:

$$C = N_{max} / Q_f^{max}$$

Soit à partir des expressions établies précédemment:

$$C = 1 / L_a A_f$$

La concentration de particules limite acceptable est donc conditionnée par le volume de la cellule d'analyse et elle vaut au maximum une particule par unité de volume d'analyse.

- Annexe 2-1 -

Discrétisation de l'intégrale de Rayleigh-Sommerfeld

1- Transducteur circulaire plan

1-1 Position du point d'observation

La géométrie du problème est montrée à la figure A2-1-1 Le transducteur circulaire est placé dans le plan **(Oxy)** du repère défini sur la figure. L'élément de surface **dS** est repéré par le rayon σ par rapport au centre de **dS** et par l'angle ψ par rapport à l'axe **Ox** du repère. Le point d'observation **P** est repéré dans l'espace par le rayon **r** et par l'angle θ entre **r** et l'axe **Oz.**

La première étape consiste à calculer la distance **r'** du point source **S** (centre de l'élément de surface **dS**) au point d'observation **P**.

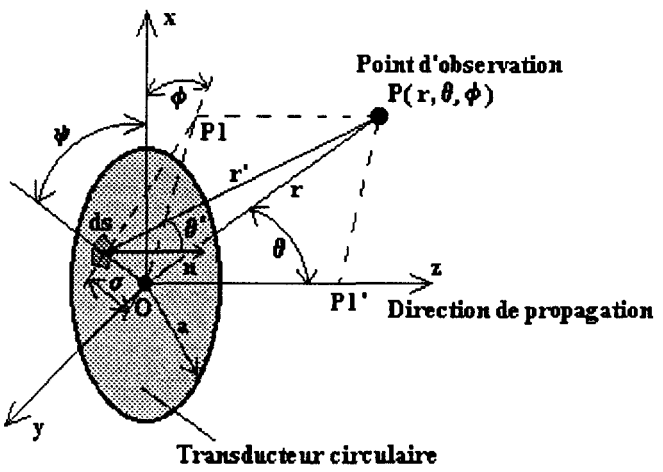


Figure A2-1-1. Géométrie adoptée pour le calcul numérique du champ acoustique.

Sur cette figure, **P1** est la projection de **P** sur le plan **(Oxy)** et **P1'** est la projection de **P** sur l'axe **Oz**.

Dans le plan **(O, P1, P, P1')**, on a les relations suivantes:

$$P1P = r.\cos(\theta)$$
$$OP1 = r.\sin(\theta)$$

La règle du cosinus dans le triangle **(O S P1)** donne:

$$SP1^2 = \sigma^2 + r^2.\sin^2(\theta) - 2r\sigma.\sin(\theta).\cos(\psi+\phi)$$

Le triangle **(S P1 P)** est rectangle, ce qui permet d'écrire:

$$r'^2 = SP1^2 + P1P^2 = \sigma^2 + r^2 - 2r\sigma.\sin(\theta).\cos(\psi+\phi)$$

De part la symétrie circulaire, on ne considère que les points d'observation **P** se situant dans le plan **(0xz)** soit pour $\phi=0$:

$$r'^2 = \sigma^2 + r^2 - 2r\sigma.\sin(\theta).\cos(\psi)$$

De façon à généraliser la mise en équation, l'ensemble des variables sont normalisées par rapport à a^2/λ:

$$X_r = x/(a^2/\lambda) \quad \text{et} \quad Z_r = z/(a^2/\lambda)$$

Où **x,z** sont les coordonnées cartésiennes de **P** dans le plan **(0xz)**. D'où:

$$R^2 = r^2/(a^2/\lambda)^2 = X_r^2 + Z_r^2$$

$$\text{et} \quad \Sigma^2 = \sigma^2/(a^2/\lambda)^2$$

Ce qui conduit à:

$$r' = (a^2/\lambda).[\Sigma^2 + R^2 - 2R\Sigma.\sin(\theta).\cos(\psi)]^{1/2}$$

Avec: $\theta = \text{atan}(x/z) = \text{atan}(Xr/Zr)$

Le facteur de directivité se calcule directement à partir de la figure A2-1-1, par l'expression classique du produit scalaire:

$$\cos(\theta') = \frac{\vec{r'}.\vec{n}}{|\vec{r'}|.|\vec{n}|} = \frac{r.\cos(\theta)}{r'}$$

1-2 Discrétisation du problème

La figure A2-1-2 illustre la technique de discrétisation de la surface circulaire de la source (transducteur). Le disque est divisé en **m** secteurs correspondant à un incrément d'angle:

$$\Delta\psi = 2\pi/m$$

En prenant $\Delta\psi=\lambda/4a$, on obtient $m=8\pi a/\lambda=2\pi n$ (voir plus loin).

Le secteur d'indice **p** étant repéré par rapport à son centre, l'angle ψ_p qui repère angulairement l'élément **dS** vaut:

$$\psi_p = \Delta\psi.(p-1/2)$$

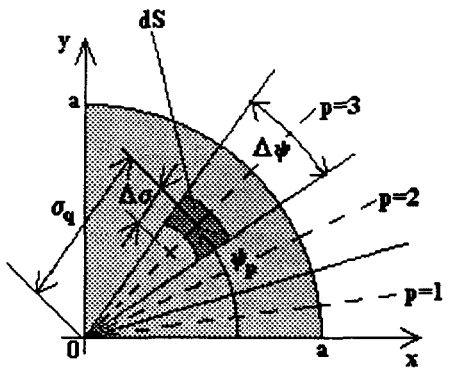


Figure A2-1-2. Echantillonnage du transducteur.

Le principe est le même pour l'échantillonnage du rayon σ. Le rayon **a** est divisé en **n** segments de longueur élémentaire:

$$\Delta\sigma = a/n$$

En prenant $\Delta\sigma=\lambda/4$, on obtient $n=4a/\lambda$.

Et le rayon courant d'indice **q**, s'écrit:

$$\sigma_q = \Delta\sigma.(q-1/2)$$

Contrairement à ψ_p qui est sans dimension, le rayon σ_q doit être normalisé:

$$\Sigma_q = \sigma_q/(a^2/\lambda)$$

et:

$$\Delta\Sigma = \Delta\sigma/(a^2/\lambda) = 1/[n.(a/\lambda)]$$

L'élément de surface s'écrit en coordonnées polaires:

$$dS = \sigma_q.\Delta\sigma.\Delta\psi$$

après normalisation:

$$dS = (a^2/\lambda)^2.\Sigma_q.\Delta\Sigma.\Delta\psi = (a^2/\lambda)^2.\Delta S_q$$

La distance du point source au point d'observation s'écrit:

$$r' = (a^2/\lambda).[\Sigma_q^2 + R^2 - 2R\Sigma_q.\sin(\theta).\cos(\psi_p)]^{1/2} = (a^2/\lambda).R_{pq}$$

Ce qui donne tous les éléments de calcul de la forme discrète de l'intégrale:

$$\widehat{P}(Xr, Zr) \approx \sum_{p=1}^{m}\sum_{q=1}^{n}\frac{\Delta Sq}{Rpq}\exp\left[j2\pi\left[\frac{a}{\lambda}\right]^2 Rpq\right]\frac{R.\cos(\theta)}{Rpq}$$

2- Source en forme de calotte sphérique

2-1 Position du point d'observation

Pour appliquer le formalisme de Rayleigh-Sommerfeld au calcul du champ focalisé, nous devons reformuler le problème géométrique présenté ci-dessus, de façon à tenir compte de la courbure du dioptre. Cette situation est décrite par la figure A2-1-3.

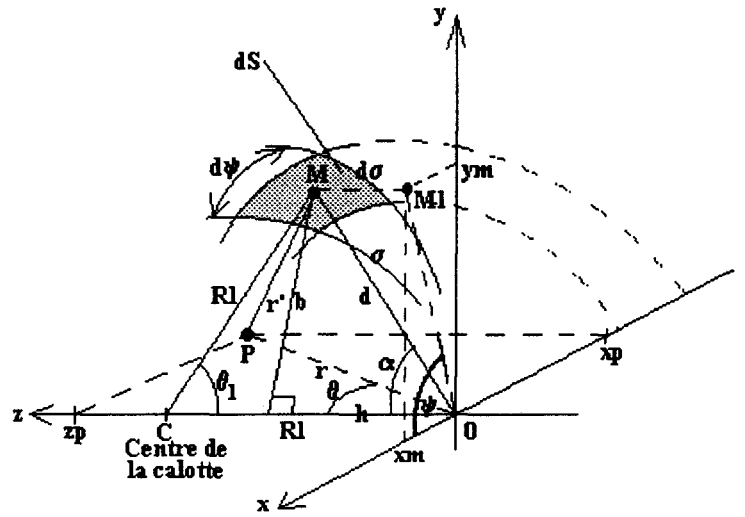


Figure A2-1-3. Géométrie adoptée pour le calcul avec une calotte sphérique.

Sur cette figure, on trouvera les notations suivantes:

C:	centre de courbure de la calotte sphérique.
x_p,z_p:	coordonnées cartésiennes de **P**.
σ:	arc sphérique joignant **0** au centre de l'élément de surface **dS**.
$d\sigma$:	élément d'arc.
$d\psi$:	élément d'angle de rotation autour de l'axe **0z**.
M:	centre de **dS**.
M1:	projection de **M** sur **(0xy)**.
x_M,y_M,z_M:	coordonnées cartésiennes de **M**.
ψ:	angle entre **0x** et **0M1**.
R_l:	rayon de la calotte sphérique.
d:	corde **0M**.
θ_l:	angle lentille courant entre **CM** et **0z**.
α:	angle d'inclinaison de la corde par rapport à **0z**.
r':	distance du point d'observation **P** au point source **M**.
r:	distance du point d'observation **P** au sommet **0** de la calotte.
b:	projection de **M** sur **0z**.

Pour calculer la distance **r'** de l'élément source **dS** au point d'observation **P**, il suffit d'écrire les coordonnées de **P** et de **M** en coordonnées sphériques de façon à en déduire la distance **MP**.

$$x_M = d.\sin(\alpha).\cos(\psi)$$
$$y_M = d.\sin(\alpha).\sin(\psi)$$
$$z_M = d.\cos(\alpha)$$

$$x_P = r.\sin(\theta)$$
$$y_P = 0$$
$$z_P = r.\cos(\theta)$$

A partir de ces coordonnées, la distance **r'** se calcule sans difficulté:

$$r'^2 = MP^2 = d^2 + r^2 - 2.d.r.(\sin(\alpha).\cos(\psi).\sin(\theta) + \cos(\alpha).\cos(\theta))$$

La distance **d** et l'angle α se calculent à l'aide du triangle isocèle **(C O M)** sur la figure A2-1-4:

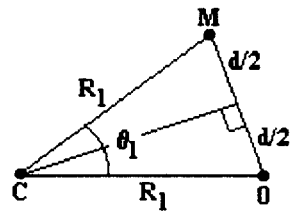


Figure A2-1-4.

Soit:

$$d^2/4 + R_l^2.\cos^2(\theta_l/2) = R_l^2$$

D'où:

$$d = R_l.[2.(1-\cos\theta_l)]^{1/2}$$

avec:

$$\theta_l = \sigma/R_l$$

Et:

$$\alpha = (\pi - \theta_l)/2 = (\pi R_l - \sigma)/2R_l$$

Finalement, on obtient:

$$r'^2 = 2.R_l^2.[1-\cos(\sigma/R_l)] + r^2 - [\ 2.R_l.r.[2.(1-\cos(\sigma/R_l))]^{1/2}.....$$
$$.....(\sin((\pi R_l - \sigma)/2R_l).\cos(\psi).\sin(\theta) + \cos((\pi R_l - \sigma)/2R_l).\cos(\theta))\ ]$$

De la même façon que pour le transducteur plan, on peut décrire le problème en variables réduites par rapport à a^2/λ. Ici **a** sera le rayon apparent de la lentille et λ la longueur d'onde dans le milieu de propagation. Soit:

$$X_r = x/(a^2/\lambda) \quad \text{et} \quad Z_r = z/(a^2/\lambda)$$

Où **x,z** sont les coordonnées cartésiennes de **P** dans le plan **(0xz)**. D'où:

$$R^2 = r^2/(a^2/\lambda)^2 = X_r^2 + Z_r^2$$

et:

$$\Sigma^2 = \sigma^2/(a^2/\lambda)^2$$

$$R_{lr} = R_l/(a^2/\lambda)$$

Ce qui conduit finalement à:

$$r'^2 = (a^2/\lambda).\ [2.R_{lr}^2.[1-\cos(\Sigma/R_{lr})] + R^2 - [\ 2.R_{lr}.R.[2.(1-\cos(\Sigma/R_{lr}))]^{1/2}.....$$
$$.....(\sin((\pi R_{lr} - \Sigma)/2R_{lr}).\cos(\psi).\sin(\theta) + \cos((\pi R_{lr} - \Sigma)/2R_{lr}).\cos(\theta))\ ]$$

Avec: $\theta = \mathrm{atan}(x/z) = \mathrm{atan}(Xr/Zr)$

2-2 Discrétisation du problème

La discrétisation de l'angle ψ est identique à celle choisie pour le transducteur circulaire plan. On se reportera donc au calcul correspondant:

$$\Delta\psi = 2\pi/m$$
$$\psi_p = \Delta\psi.(p-1/2)$$

Par contre, dans le cas qui nous intéresse ici, σ est un arc de calotte sphérique d'ouverture θ_{max}, ce qui conduit à:

$$\Delta\sigma = R_l.\theta_{max}/n = (a^2/\lambda).[\ R_{lr}.\theta_{max}/n\ ] = (a^2/\lambda).\Delta\Sigma$$

avec:

$$\sigma_q = \Delta\sigma.(q-1/2)$$

Et:

$$\Sigma_q = \sigma_q/(a^2/\lambda)$$

L'élément de surface **dS** s'écrit:

$$dS = d.d\sigma.d\psi$$

Nous avons vu, par ailleurs, que la corde **d** s'écrivait:

$$d = R_l.[2.(1-\cos(\sigma/R_l))]^{1/2}$$

Soit:

$$dS = R_l.[2.(1-\cos(\sigma/R_l))]^{1/2}.d\sigma.d\psi$$

Et après normalisation:

$$dS = (a^2/\lambda)^2.\ R_{lr}.[2.(1-\cos(\Sigma_q/R_{lr}))]^{1/2}.\Delta\Sigma.\Delta\psi = (a^2/\lambda)^2.\Delta S_q$$

Et la distance **r'** du point source au point d'observation peut se mettre sous la forme:

$$\mathbf{r'^2 = (a^2/\lambda).\ [2.R_{lr}^2.[1-\cos(\Sigma_q/R_{lr})] + R^2 - [\ 2.R_{lr}.R.[2.(1-\cos(\Sigma_q/R_{lr}))]^{1/2}...}$$
$$\mathbf{...(\sin((\pi R_{lr} - \Sigma_q)/2R_{lr}).\cos(\psi_p).\sin(\theta) + \cos((\pi R_{lr} - \Sigma_q)/2R_{lr}).\cos(\theta))\ ]}$$

Soit:

$$\mathbf{r' = (a^2/\lambda).R_{pq}}$$

- Annexe 2-2 -

Champ diffracté à l'infini par une ouverture - Spectre angulaire d'ondes planes

1- Champ diffracté à l'infini par une ouverture [SUAR]

On considère une onde plane tombant sur un écran percé d'une ouverture située dans un plan d'onde (figure A2-2-1).

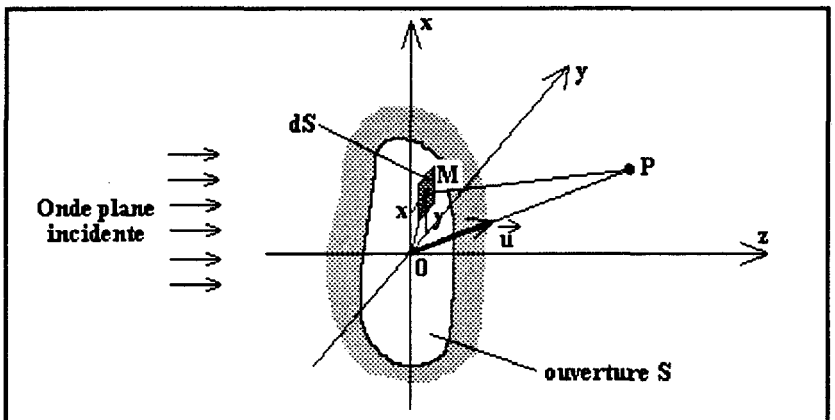


Figure A2-2-1. Diffraction d'une onde plane par une ouverture.

D'après le principe de Huygens-Fresnel, on peut remplacer l'onde émanant de l'ouverture en **z=0** par un ensemble de sources d'ondes sphériques. En un point **P** de l'espace **z>0**, la contribution d'un point source en **M** est proportionnelle à l'amplitude de l'onde incidente $\mathbf{p_0}$, à l'élément de surface **dS=dx.dy** entourant **M** et inversement proportionnelle à la distance **|MP|** du point **M** au point **P**. La somme des contributions **p(P)** sur la surface S de l'ouverture s'écrit:

$$p(P) = \iint_S \frac{h.p_0}{|MP|} \exp[i\vec{k}.\vec{MP}]dS$$

Où **h** est une constante de proportionnalité et:

$$\vec{MP} = \vec{OP} - \vec{OM}$$

$\vec{k}$ **est le vecteur d'onde dans la direction** $\vec{OP}$.

Ce qui permet d'écrire:

$$p(P) = \iint_S \frac{h.p_0}{|MP|} \exp[i\vec{k}.(\vec{OP} - \vec{OM})]dS$$

Comme **OP** est indépendant de **x** et de **y** et **h** est une constante, on aboutit à:

$$p(P) = h.\exp[i\vec{k}.\vec{OP}] \iint_S \frac{p_0}{|MP|} \exp[-i\vec{k}.\vec{OM}]\,dS$$

Or:

$$\vec{OM} = \begin{vmatrix} x \\ y \\ 0 \end{vmatrix}$$

$$\text{et} \quad \vec{k} = k.\vec{u} = k \begin{vmatrix} \alpha \\ \beta \\ \gamma \end{vmatrix}$$

$$\text{soit} \quad \vec{k}.\vec{OM} = k.(\alpha.x + \beta.y)$$

Ce qui permet de ré-écrire le champ de pression sous la forme:

$$p(P) = h.\exp[i\vec{k}.\vec{OP}] \iint_S \frac{p_0}{|MP|} \exp[-i\,k.(\alpha.x + \beta.y)]\,dS$$

Si le point d'observation **P** est à l'infini ou à une distance |MP| très grande devant les dimensions de l'ouverture, alors:

$$|MP| \cong |OP| \Rightarrow \textbf{indépendant de x et de y.}$$

Le champ **p(P)** s'écrit finalement:

$$p(P) = \frac{h}{|MP|}.\exp[i\vec{k}.\vec{OP}] \iint_S p_0.\exp[-i(k_x.x + k_y.y)]\,dS$$

$$\text{avec} \quad \begin{vmatrix} k_x = \alpha.k = \alpha.\dfrac{2\pi}{\lambda} \\ k_y = \beta.k = \beta.\dfrac{2\pi}{\lambda} \end{vmatrix}$$

Cette dernière expression n'est autre que la transformée de Fourier bidimensionnelle de l'ouverture diffractante. Comme le terme exponentiel $\exp[-i(k_x.x+k_y.y)]$ correspond à une onde plane localisée dans le plan **z=0**, le champ au point **P** situé à l'infini donne la décomposition en ondes planes ou spectre angulaire du champ p_0 en **z=0**:

$$p_\infty(P) \cong A_0(k_x, k_y)$$

Ce résultat fournit une première méthode de calcul du spectre angulaire d'une onde.

2- Spectre angulaire d'une lentille cylindrique (Pb. plan)

On se reportera à la figure A2-2-2 pour la définition des différents termes utilisés.

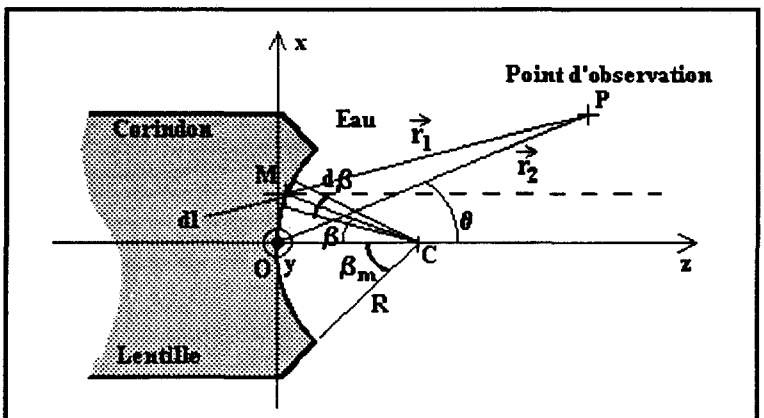


Figure A2-2-2. Paramètres de calcul du champ focalisé pour une géométrie cylindrique.

Pour un problème plan, le champ de pression en un point d'observation **P** s'exprime comme:

$$P(P) = \int_l P_0 \frac{\exp[i\vec{k}.\vec{r_2}]}{[\,|\vec{r_2}|\,]^{1/2}}\, dl$$

Où: **l** est la longueur de l'arc de sphère constituant le dioptre.
dl = R.dβ est l'arc élémentaire.

Dans le cas d'une insonification uniforme du dioptre P_0=**cte**:

$$P(P) = R.P_0 \int_{-\beta_m}^{\beta_m} \frac{\exp[i\vec{k}.\vec{r_2}]}{[\,|\vec{r_2}|\,]^{1/2}}\, d\beta$$

De plus, on a:

$$\vec{r_2} = \vec{r_1} - \vec{OM}$$

Puisque r_1 est indépendant du point **M** et donc de la variable d'intégration β, la pression en **P** s'écrit:

$$P(P) = R.P_0.\exp[i\vec{k}.\vec{r_1}] \int_{-\beta_m}^{\beta_m} \frac{\exp[-i\vec{k}.\vec{OM}]}{[\,|\vec{r_2}|\,]^{1/2}}\, d\beta$$

De plus, si le point **P** est situé à l'infini, la distance r_2 est voisine de la distance r_1 indépendante

de la variable d'intégration. Elle peut donc être mise en facteur et on aboutit finalement à:

$$p(P) = \frac{R.P_0 . \exp[i\vec{k}.\vec{r_1}]}{[\,|\vec{r_2}|\,]^{1/2}} \int_{-\beta_m}^{\beta_m} \exp[-i\vec{k}.\vec{OM}]\,d\beta$$

La suite du calcul consiste en l'explicitation du terme de phase (figure A2-2-3):

$$\vec{k}.\vec{OM} = k.OM.\cos(\alpha)$$

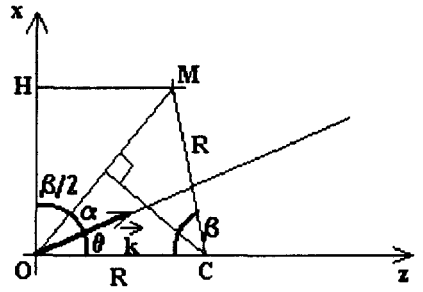


Figure A2-2-3. Géométrie du calcul du terme de phase.

Un calcul géométrique simple permet de trouver:

$$\vec{k}.\vec{OM} = k.R.\frac{\sin(\beta)}{\cos(\beta/2)}\sin(\beta/2+\theta) = k.R.[\cos(\theta) - \cos(\theta+\beta)]$$

Et finalement, puisque θ ne dépend pas de **M**:

$$p_\infty(P) = A_0(\theta) = \frac{R.\exp[i\vec{k}.\vec{r_1}].\exp[-i\frac{2\pi R}{\lambda}\cos(\theta)]}{[\,|\vec{r_2}|\,]^{1/2}} \int_{-\beta_m}^{\beta_m} p_0.\exp[i\frac{2\pi R}{\lambda}\cos(\theta+\beta)]\,d\beta$$

- Annexe 2-3 -

Spectre angulaire d'un champ à symétrie circulaire - Transformation de Hankel

Les champs à symétrie circulaire font partie d'une classe particulière de fonctions séparables dans un système de coordonnées polaires, telles que:

$$g(r,\theta) = g_R(r)$$

Ces fonctions occupent une place particulièrement importante en optique où les systèmes possèdent souvent ce genre de symétrie. Dans ce cas particulier, les transformations de Fourier bidimensionnelles se réduisent à des transformations monodimensionnelles appelées transformations de Hankel.

Dans le cas d'une source circulaire plane de rayon **a**, la pression **p(x,y)** à la surface de cette source s'écrit en coordonnées polaires **p(r,θ)**. Du fait de la symétrie circulaire, la connaissance de $p_R(r)$ suffit puisqu'elle a la même forme quel que soit **θ**. L'opération de base consiste à écrire la transformée de Fourier bidimensionnelle de **p(x,y)** en coordonnées polaires à partir de la définition:

$$A_0(f_x, f_y) = \iint_{-\infty}^{+\infty} p(x,y).\exp[\, i2\pi(f_x.x + f_y.y)]\, dx\, dy$$

En coordonnées polaires pour les variables d'espace:

$$x = r.\cos(\theta) \Rightarrow r = [x^2 + y^2]^{1/2}$$
$$y = r.\sin(\theta) \qquad \theta = \mathrm{atan}(y/x)$$

Et pour les variables fréquentielles:

$$f_x = f_r.\cos(f_\theta) \Rightarrow f_r = [f_x^2 + f_y^2]^{1/2}$$
$$f_y = f_r.\sin(f_\theta) \qquad f_\theta = \mathrm{atan}(f_y/f_x)$$

Compte-tenu de ces changements de variable, la TFB s'écrit:

$$A_0(f_r,f_\theta)=\int_0^{2\pi}\int_0^{a} p(r,\theta).\exp[-i2\pi(f_r.\cos(f_\theta).r.\cos(\theta)+f_r.\sin(f_\theta).r.\sin(\theta))]\,r\,dr\,d\theta$$

Soit encore:

$$A_0(f_r,f_\theta)=\int_0^{2\pi}\int_0^{a} p(r,\theta).\exp[-i2\pi\,r.f_r.(\cos(f_\theta).\cos(\theta)+\sin(f_\theta)\sin(\theta))]\,r\,dr\,d\theta$$

Et:

$$A_0(f_r,f_\theta)=\int_0^{2\pi}\int_0^{a} p_R(r).\exp[-i2\pi\,r.f_r.(\cos(f_\theta-\theta))]\,r\,dr\,d\theta$$

On peut ré-écrire cette expression de façon à faire apparaître une propriété des fonctions de Bessel:

$$A_0(f_r,f_\theta)=\int_0^{a} r.p_R(r)\underbrace{\int_0^{2\pi}\exp[-i2\pi\,r.f_r.(\cos(f_\theta-\theta))]\,d\theta}_{I_1}\,dr$$

Où l'intégrale I_1 s'exprime à partir d'une fonction de Bessel de première espèce et d'ordre 0:

$$\int_0^{2\pi}\exp[-i2\pi\,r.f_r.(\cos(f_\theta-\theta))]\,d\theta = 2\pi\,J_0(2\pi f_r\,r)$$

Et finalement, on obtient l'expression suivante pour le spectre angulaire:

$$A_0(f_r) = H_0[p_R(r)] = 2\pi\int_0^{a} r.p_R(r)\,J_0(2\pi f_r\,r)\,dr$$

Dans cette expression, la fonction $H_0[p_R(r)]$ est la transformée de Hankel d'ordre 0. On peut également montrer qu'il existe une transformée de Hankel inverse:

$$p_R(r) = H_0^{-1}[A_0(f_r)] = 2\pi\int_0^{+\infty} f_r.A_0(f_r)\,J_0(2\pi f_r\,r)\,df_r$$

Dans le cas de fonctions à symétrie circulaire, on peut donc facilement ramener un problème de Fourier bidimensionnel à une variante monodimensionnelle que constitue la transformée de Hankel. Il faut également noter que cette transformée possède toutes les propriétés de la transformée de Fourier.

- Annexe 2-4 -

Interaction acousto-optique en milieu isotrope - Méthode Schlieren

1- Modèle du gradient de phase

La propagation d'une onde acoustique dans un milieu homogène et isotrope provoque des modifications locales de ses propriétés physiques et plus particulièrement de sa permittivité diélectrique, entrainant des variations de l'indice de réfraction du matériau. La propagation conjointe d'une onde acoustique et d'une onde lumineuse dans ce matériau entrainera la diffraction de cette dernière. La théorie décrivant ce phénomène la plus couramment rencontrée est la théorie de Raman-Nath ou modèle du gradient de phase. Cette théorie repose sur l'hypothèse que seule la phase de l'onde lumineuse est modifiée lors de sa traversée dans le faisceau acoustique sans changement, ni de direction, ni d'amplitude à l'intérieur de l'onde acoustique.

Dans le cas où la largeur **d** du faisceau optique est supérieure à la longueur d'onde acoustique λ_{ac} (le faisceau optique "embrasse" plusieurs longueurs d'onde acoustique), un processus de diffraction se produit. L'interaction est caractérisée par un paramètre **Q** appelé paramètre de Raman-Nath:

$$Q = 2\pi\lambda_{op}L / \lambda_{ac}^2$$

Où λ_{op} est la longueur d'onde optique.
λ_{ac} est la longueur d'onde acoustque.
L est la largeur du faisceau acoustique.

La valeur du paramètre **Q** permet de distinguer trois régimes d'interaction:

 # Q < 1 : Régime de Raman-Nath.

Plusieurs faisceaux lumineux sont diffractés (ordres). Chaque faisceau contient de la puissance de façon significative (fig A2-4-1).

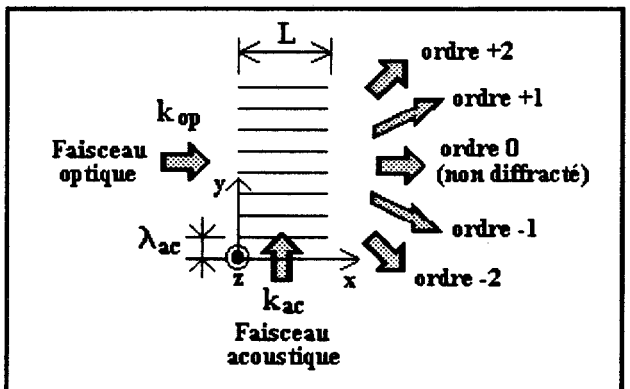


Figure A2-4-1. Régime de Raman-Nath.

 # Q >> 1 : Régime de Bragg.

Un seul faisceau lumineux est diffracté. Celui-ci fait un angle θ_B (angle de Bragg) par rapport au plan d'onde acoustique (fig A2-4-2). La puissance du faisceau diffracté est maximale lorsque l'angle d'incidence θ est égal à l'angle de Bragg.

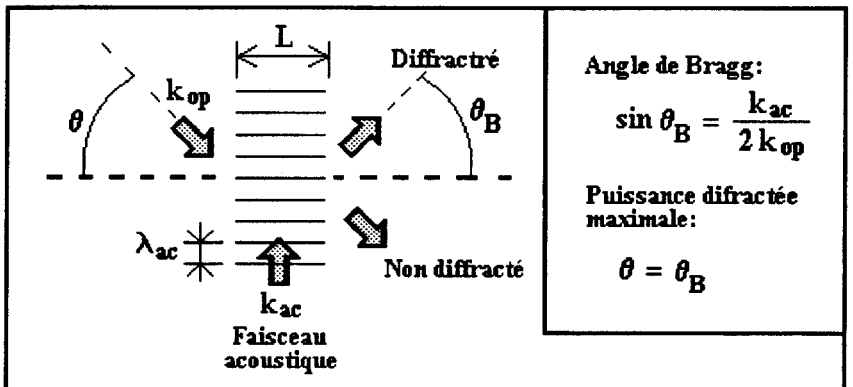


Figure A2-4-2. Régime de Bragg.

 # 1 < Q < 10 : Régime intermédiaire.

Ce régime, non clairement défini, est constitué d'un mélange du régime de Raman-Nath et du régime de Bragg.

2- Méthode Schlieren

On considère, dans cette méthode, une interaction du type Raman-Nath. Une onde ultrasonore se propageant dans la direction y (figure A2-4-1), est traversée par une onde lumineuse monochromatique qui se propage dans la direction x perpendiculaire à y. Vu le faible temps de transit de l'onde lumineuse dans le faisceau acoustique, la phase de cette dernière ne varie pratiquement pas pendant ce temps. On peut donc condidérer que le système d'ondes ultrasonores reste stationnaire vis-à-vis de la propagation de la lumière dans le faisceau acoustique.

L'onde acoustique est caractérisée par la déformation S du matériau dans laquelle elle se propage. Dans le cas d'une excitation harmonique, la déformation peut s'écrire:

$$S = S_m .\sin(\omega_{ac}.t - k_{ac}.y)$$

La variation de l'indice de réfraction Δn est proportionnelle à la déformation dans le cas d'une interaction linéaire (faible puissance) et l'indice perturbé s'écrit:

$$n = n_0 + \Delta n$$

Où n_0 est l'indice au repos.
Et avec:

$$\Delta n = \alpha.Sm.\sin(\omega_{ac}.t - k_{ac}.y)$$

Où α est fonction de la puissance acoustique.
Dans le plan d'entrée du faisceau acoustique $x=0$, l'onde lumineuse est caractérisée par le champ:

$$D_{x=0} = D_0.\exp(j\omega_{op}t)$$

Dans le faisceau acoustique, le vecteur d'onde de la lumière est modifié par l'indice n:

$$k_{op} = n.k_0 = n_0.k_0 + \alpha.k_0.S_m.\sin(\omega_{ac}.t - k_{ac}.y)$$

Où k_0 est le vecteur d'onde optique dans le vide.
Dans le plan de sortie du faisceau acoustique $x=L$, l'onde lumineuse qui s'est propagée s'écrit:

$$D_L = D_0.\exp[j(\omega_{op}t - k_{op}.L)]$$

Après développement, l'onde lumineuse s'écrit:

$$D_L = D_0 \exp(j\omega_{op}t)\exp(-jn_0k_0L)\sum_{q=-\infty}^{+\infty} J_q(-\alpha k_0 S_m L)\exp[jq(\omega_{ac}t - k_{ac}y)]$$

Où J_q est une fonction de Bessel de 1° espèce et d'ordre q.
Cette expression fait apparaître les caractéristiques des différents ordres (q) diffractés:

ordre q:

- fréquence $\omega_{op} + q.\omega_{ac}$
- amplitude $D_0.J_q(-\alpha.k_0.S_m.L)$

L'angle de déviation du faisceau diffracté d'ordre q est donné approximativement par la composition des deux vecteurs d'onde (figA2-4-3).

$$\theta_q = \mathrm{artg}(q.k_{ac} / k_0)$$

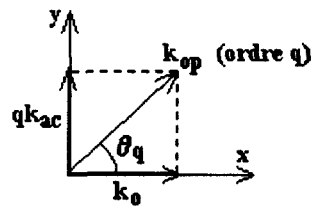


Figure A2-4-3. Angle de déviation de l'ordre q.

L'intensité lumineuse diffractée est proportionnelle au carré de l'amplitude:

$$I_q \approx J_q^2(-\alpha.k_0.S_m.L)$$

La mesure de cette intensité permet d'accéder au paramètre α représentatif de la puissance acoustique.

- Annexe 3-1 -

Carte de communication et de comptage

La carte de communication et de comptage réalise principalement deux fonctions. La première de ces fonctions consiste en la chaine de comptage des impulsions produites par les particules. La deuxième regroupe les fonctions d'aiguillage des informations qui permettent la configuration de la batterie de compteurs et la communication vers le rack haute fréquence de façon à en contrôler les différents paramètres. Comme le montre le synoptique de la figure A3-1-1, elle comporte trois blocs: une unité centrale UC organisée autour d'un microcontrôleur 8 bits Intel 8031, un module de comptage 4 voies CPT4V et une interface ICPUC qui gère la communication entre le bus interne de la carte et le bus du calculateur.

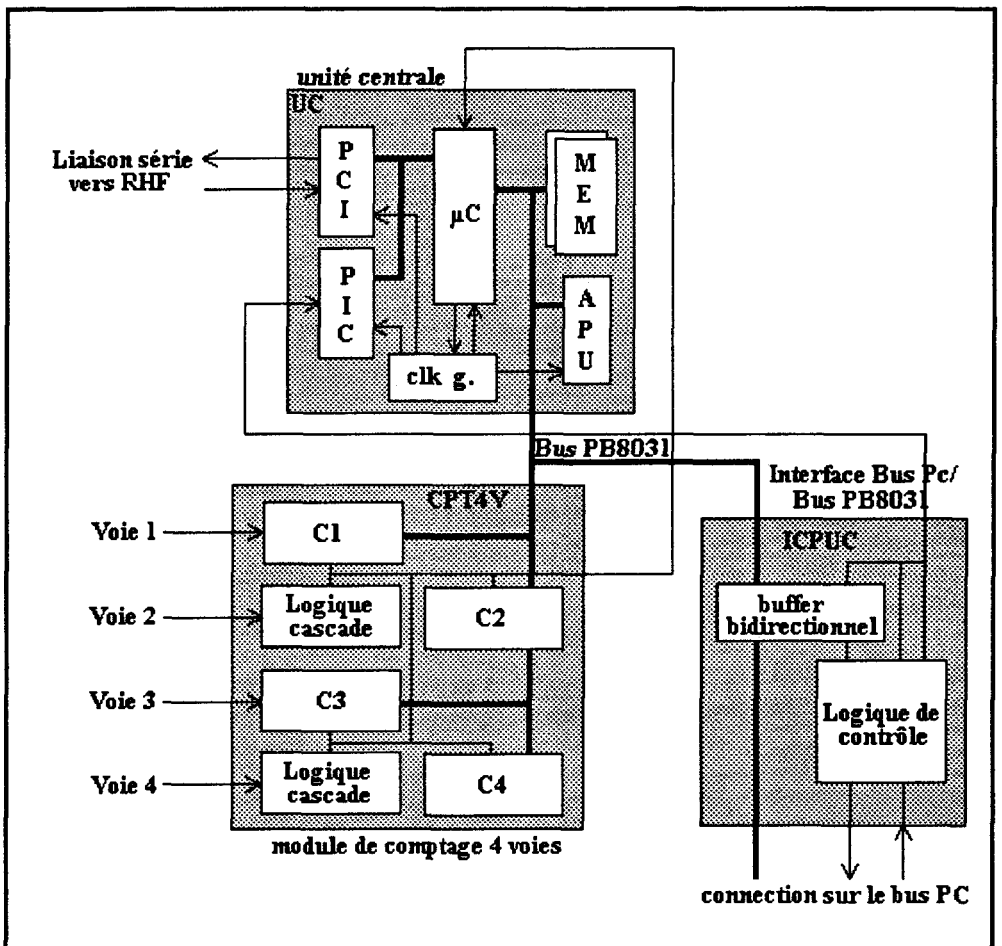


Figure A3-1-1. Organisation générale de la carte de communication et de comptage PB8031.

La structure du bloc unité centrale UC est une architecture classique à base de microcontrôleur Intel 8031. Il comporte une mémoire ROM d'une capacité de 32 Ko contenant le programme de gestion de la carte et une mémoire RAM de 8 Ko permettant le stockage des différentes données

nécessaire au fonctionnement et en particulier des tampons de transmission. Cette unité centrale gére une interface série RS232 (PCI) pour la communication avec le rack haute fréquence.

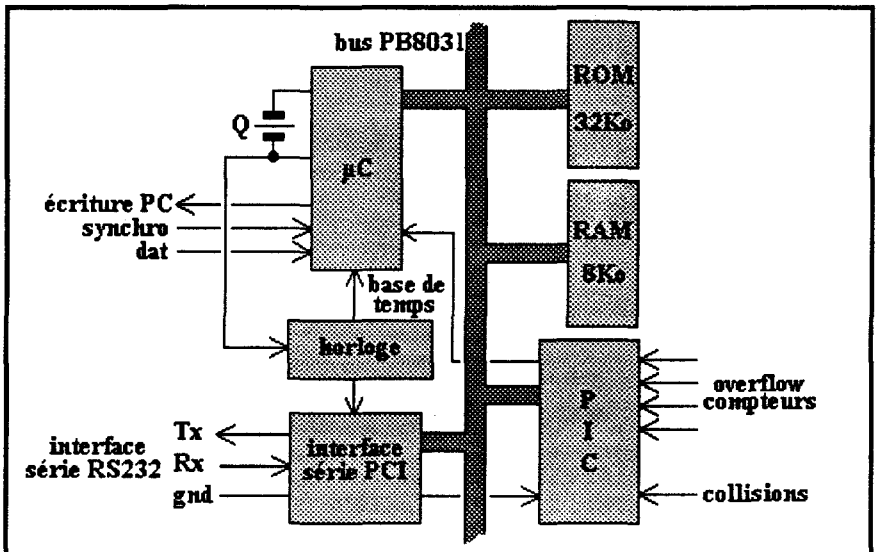


Figure A3-1-2. Organisation de l'unité centrale de la carte PB8031.

L'unité centrale travaille entièrement par interruptions grâce à un circuit contrôleur spécialisé (PIC). Ces interruptions sont destinées à "réveiller" le microprocesseur lorsqu'un événement se produit et à déclencher les actions en conséquence. Les évènements peuvent être de nature diverse: réception d'informations par l'interface série, interruptions de base de temps de comptage, anomalies diverses comme, par exemple, le dépassement de capacité d'une voie de comptage ou le débordement d'un tampon de communication. Cette unité possède également une base de temps permettant de cadencer la lecture des compteurs lorsque la carte est configurée en mode d'acquisition d'impulsions. Le synoptique de la figure A3-1-2 résume de façon schématique l'organisation interne de cette unité centrale.

Le deuxième bloc de la carte UC est destiné à la l'interfaçage du bus interne de l'unité centrale décrite précédemment avec le bus du PC386 de façon à permettre au programme de gestion de communiquer avec la carte PB8031. Le synoptique de la figure A3-1-3 donne une vue de l'organisation interne ce cette partie (ICPUC) où l'on retrouve clairement la circuiterie placée entre les deux bus.

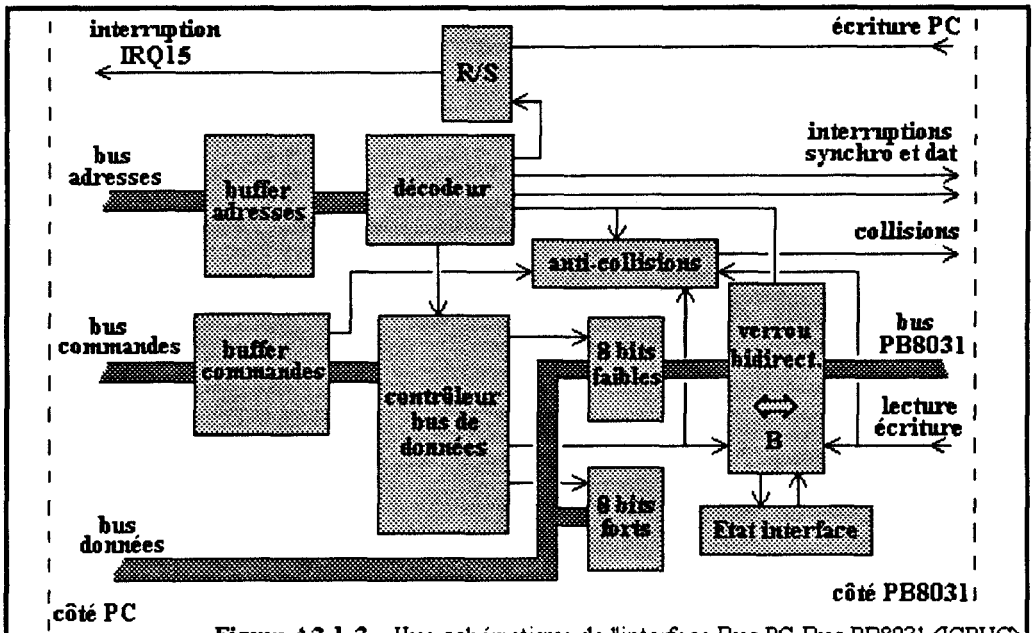


Figure A3-1-3. Vue schématique de l'interface Bus PC-Bus PB8031 (ICPUC) de la carte PB8031.

Côté calculateur, les trois bus (données, adresses et commandes) sont mémorisés. Les données présentes en format 16 bits sont décodées par le contrôleur de bus de données à l'aide du bus de commandes contenant les différents signaux de lecture et d'écriture. L'interface ne transmet que les huit bits de poids faible du bus PC compte-tenu du format des données du 8031. L'échange de données s'effectue donc sous la forme d'octets via une zone de transfert bidirectionnelle (verrou B). Lorsque le PC envoie un octet destiné à la carte, il examine dans un premier temps, l'état de l'interface à l'aide d'un bit de contrôle placé parallèlement à la zone de transfert. Ce bit est accessible par les deux processus et détermine, d'un côté comme de l'autre, l'occupation ou non de la zone de transfert par l'un ou l'autre des systèmes. Si l'interface est libre, il génère alors une interruption factice (synchro) destinée à se synchroniser avec la carte PB8031. L'octet de donnée est ensuite écrit dans la zone de transfert et une deuxième interruption (dat) est générée. Celle-ci est destinée à informer l'unité centrale de la carte que la donnée est prête à être lue. Ce processus est réitéré à chaque octet transféré.

Pour le sens de transfert inverse, l'unité centrale écrit l'octet de donnée dans la zone de transfert et l'interface ICPUC génère une interruption au PC (IRQ15). Pour des raisons de synchronisme, cette demande d'interruption est mémorisée par une bascule R/S qui est automatiquement réinitialisée lors de la lecture de la zone de transfert par le PC. L'ensemble de l'interface est surveillé par un circuit dénommé circuit anti-collisions. Ce circuit examine les différents signaux clefs intervenant dans les transferts de façon à détecter les problèmes de collisions d'informations ou de bloquages se produisant lorsque les deux processus veulent se transmettre ou lire simultanément des données. Si l'un de ces deux problèmes est détecté, l'interface génère une interruption spéciale (collisions) à l'unité centrale UC. Cette interruption a pour effet de réinitialiser la zone de transfert et d'informer le PC par un code d'erreur interprété par le module de gestion.

Les données échangées entre les deux processus pouvant être de style très différents (valeurs, messages,....), un format de codage commun a été adopté. Les informations sont transmises sous la forme de chaines de caractères (codes ASCII), les valeurs numériques étant codées en BCD. Ce type de codage a été retenu pour sa clarté. Chaque donnée est précédée d'une en-tête de sept octets contenant les informations nécessaires au décodage de celle-ci. On trouvera dans cette en-tête, la taille du message complet, un identificateur de commande, le signe et le style de données (entier, flottant,...), la donnée proprement dite et un caractère de fin de chaîne. Lors de la transmission du PC vers la carte PB8031, l'identificateur de commande joue le rôle d'aiguillage de

l'information lors de son traitement par l'unité centrale (usage interne à PB8031 ou consigne pour RHF).

De façon à utiliser la pleine puissance de ce procédé de communication inter-processus par interruptions, des structures logicielles de files d'attentes (buffer cyclique) ont été mises en place (figure A3-1-4).

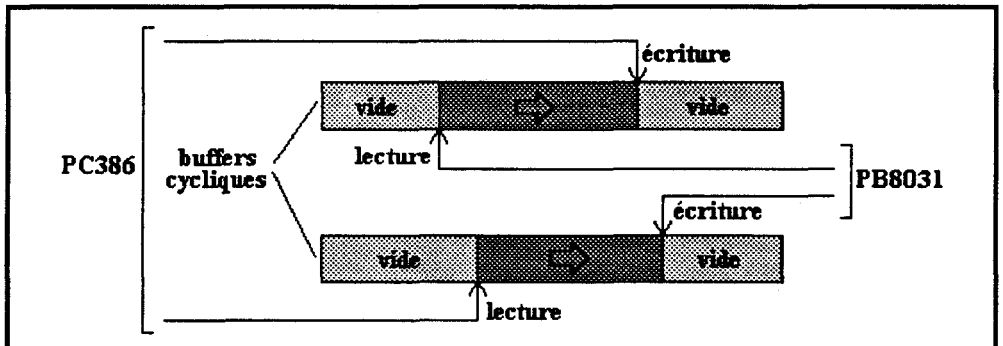


Figure A3-1-4. Structures de files d'attentes utilisées pour l'échange d'informations.

Ces files d'attentes permettent le stockage temporaire des données échangées et le traitement de celles-ci dès que le processus impliqué est libéré de la tâche précédente (acquisition,...). Cette solution permet de faire comuniquer deux processus asynchrones (ou plus) possédant des vitesses de lecture et d'écriture différentes.

La troisième partie de la carte PB8031 est la fonction principale du compteur. Il s'agit du module de comptage quatre voies CPT4V destiné à la comptabilisation des impulsions électriques issues de la détection des particules (figure A3-1-5). Ce module se compose de deux groupes de deux compteurs de 16 bits chacun (capacité de 65536 impulsions). Ces compteurs sont activables par groupe (enable1/2 et enable3/4). Au sein d'un même groupe, les deux compteurs sont cascadables de façon à créer une voie unique sur 32 bits (capacité de $4{,}3.10^9$ impulsions) par les commandes mode1/2 et mode3/4.

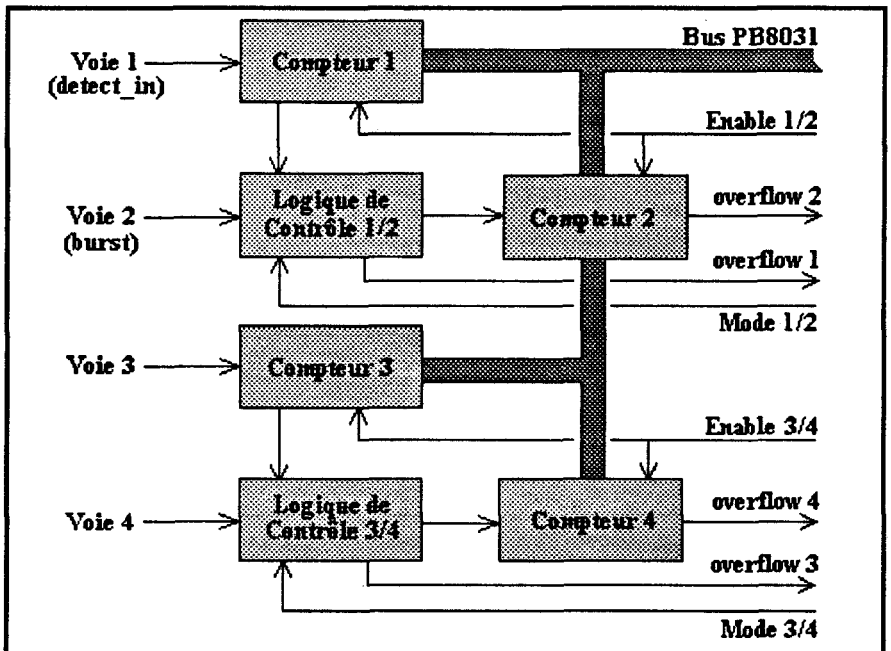


Figure A3-1-5. Synoptique du module de comptage 4 voies.

Les signaux de débordement des compteurs (OVFLW1,2,3,4 en mode 4 fois 16 bits ou OVFLW2,4 en mode 2 fois 32 bits) génèrent des interruptions au niveau de l'unité centrale UC

par l'intermédiaire du contrôleur spécialisé PIC. Ces interruptions produisent l'envoi d'un code d'erreur au PC et la réinitialisation du module de comptage. La cadence maximale de comptage autorisée par voie est de 10 MHz compte-tenu de la technologie utilisée.

- Annexe 3-2 -

Le rack haute fréquence

Le synoptique général de la figure III-11 du chapitre 3, montre que ce rack est principalement composé de cinq éléments:

- une unité centrale à microprocesseur CUCHF.
- un émetteur d'impulsions ultracourtes EMIT.
- un récepteur haute fréquence REC.
- un circuit de synchro-détection SDET.
- un détecteur rapide HSCOMP.

Nous allons décrire, dans les paragraphes suivants, chacun des éléments constitutifs du rack.

1- L'émetteur d'impulsions EMIT

Cet élément a pour rôle d'exciter le transducteur de la sonde de façon à produire les impulsions ultrasonores nécessaires à l'examen du milieu. La technique choisie est du type émission par "chocs" en se sens qu'aucune porteuse n'est générée: l'émission prend la forme d'une impulsion électrique très brève. La faible largeur de cette impulsion se traduit par un spectre d'émission large bande et l'amplitude du choc doit être relativement élevée pour que l'énergie contenue dans la bande passante du transducteur soit suffisante. La structure interne d'un tel émetteur est très simple comme le montre le synoptique de la figure A3-2-1.

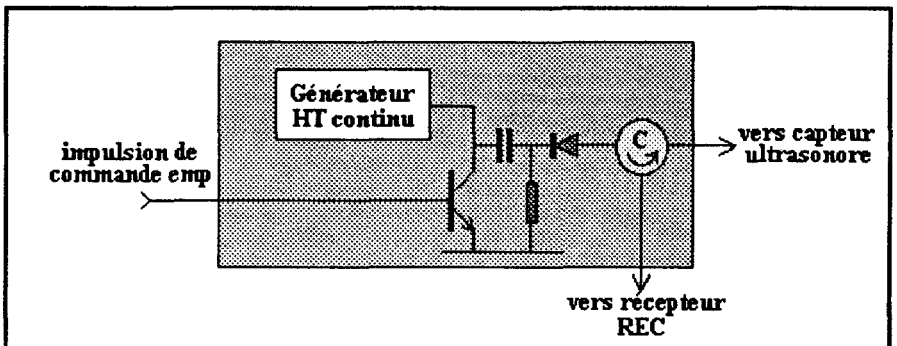


Figure A3-2-1. Synoptique de l'émetteur d'impulsions EMIT.

La capacité est chargée sous la haute tension et déchargée brutalement par le transistor lorsque celui-ci reçoit l'impulsion de commande d'émission (emp). L'impulsion de décharge est ensuite transmise à la sonde via le circulateur et la diode. Nous avons généré, sur notre maquette, des impulsions d'environ 50 volts crête et de largeur égale à 3ns en utilisant cette technique. L'oscillogramme de la figure A3-2-2 présente une impulsion typique produite par ce système.

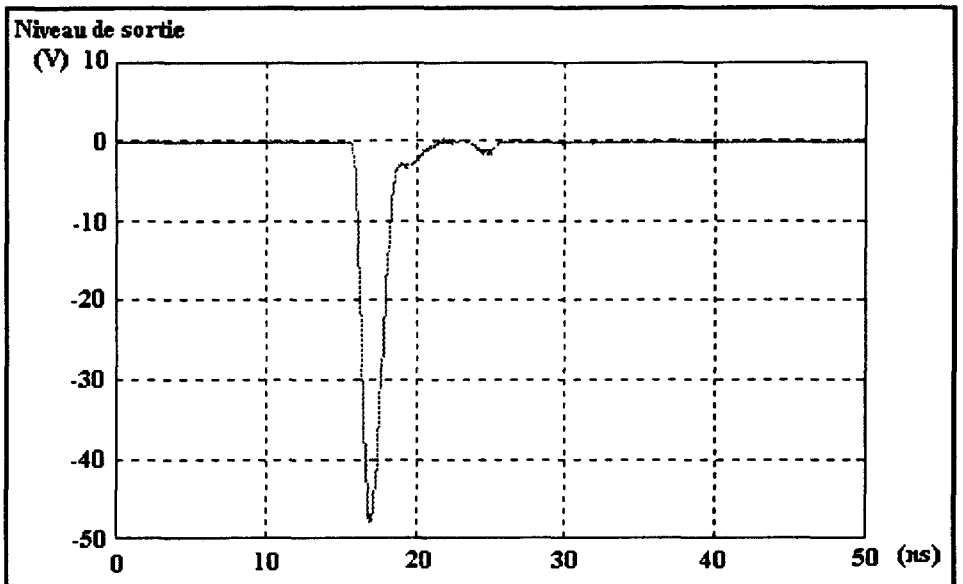


Figure A3-2-2. Allure temporelle de l'impulsion d'émission en sortie de l'émetteur EMIT.

Cette impulsion permet d'obtenir une bande passante à l'émission d'environ 300 MHz à -6dB comme le montre le spectre ci-après (figure A3-2-3).

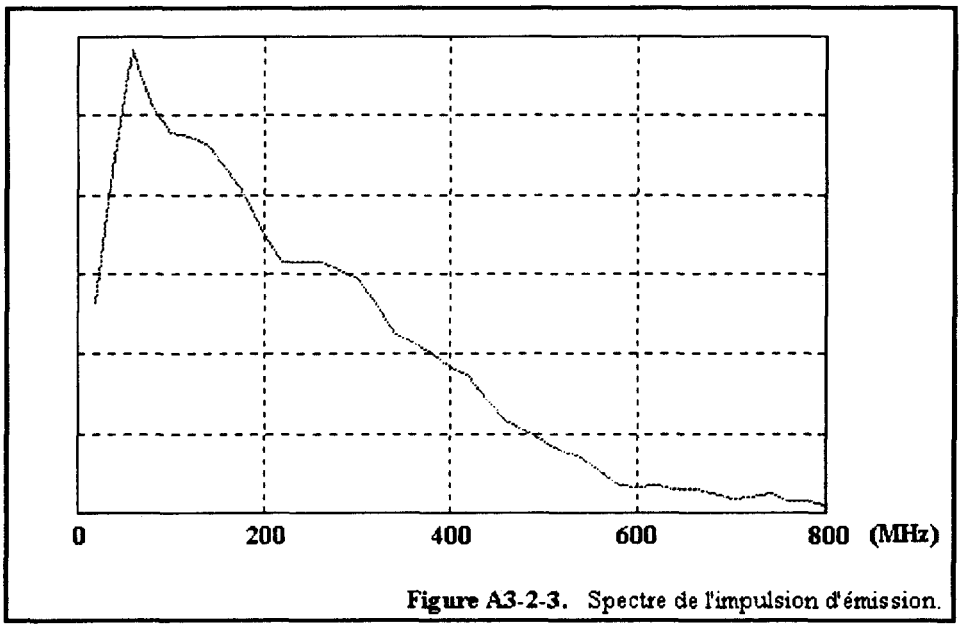


Figure A3-2-3. Spectre de l'impulsion d'émission.

2- Le récepteur REC

Le récepteur permet l'amplification des échos reçus par le capteur et transmis par le coupleur directif. Comme le montre le synoptique de la figure A3-2-4, le récepteur comporte un amplificateur dont le gain est réglable de 0 à 60dB par pas de 1dB grâce à une tension continue produite par la carte SDET qui sera décrite plus loin. L'entrée de l'amplificateur est dotée d'un modulateur en anneau piloté par une porte d'effacement (efp) ayant pour effet d'éliminer l'écho de réflexion électrique (impulsion d'émission) qui risque de saturer l'amplificateur. En sortie, un deuxième modulateur, piloté par une porte de pré-effacement (pre_eff), a pour effet d'isoler

temporellement les échos utiles des échos fixes engendrés par le capteur (aller et retour dans la ligne à retard). On se reportera aux chronogrammes présentés sur les figures A3-2-9 et A3-2-10.

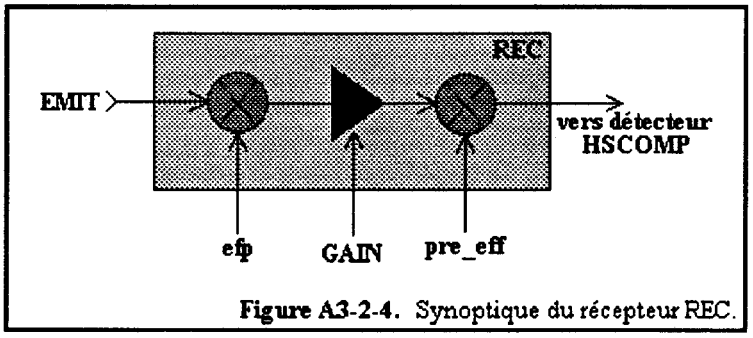


Figure A3-2-4. Synoptique du récepteur REC.

3- Le détecteur rapide HSCOMP

Le détecteur rapide permet de produire une impulsion logique de niveau TTL par comparaison de l'écho présent à l'entrée du détecteur avec un seuil continu fixé par SDET. La structure interne est décrite sur la figure A3-2-5. L'entrée du détecteur est dotée d'un modulateur en anneau piloté par une porte de mesure (p_mesure) légèrement plus étroite que la porte de pré-effacement (pre_eff). Celle-ci a pour effet d'éliminer les pics de commutation du modulateur de pré-effacement qui peuvent entraîner des détections parasites en l'absence de signal.

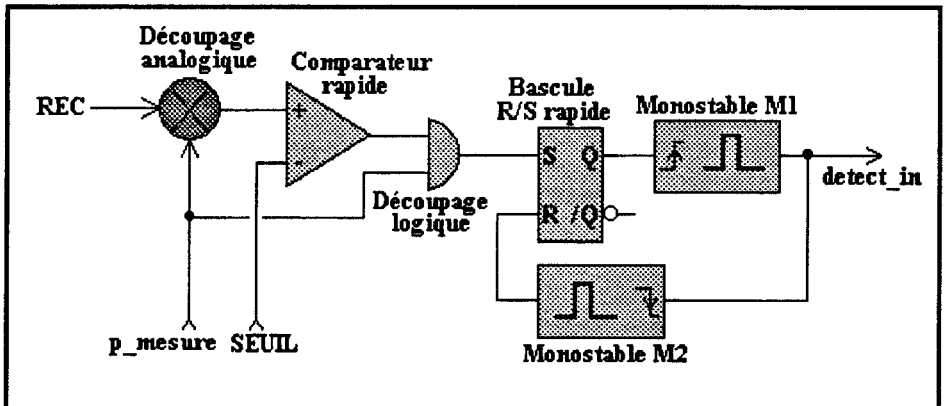


Figure A3-2-5. Synoptique du détecteur rapide HSCOMP.

Le principe de fonctionnement est très simple. L'écho provenant du récepteur REC est comparé à un seuil continu à l'aide d'un comparateur rapide de technologie ECL. En sortie de celui-ci, on opère un découpage logique par la même porte de mesure. L'impulsion de sortie du comparateur, très courte, arme une bascule R/S rapide qui fait office de mémoire. En sortie de la bascule, un premier monostable M1 permet de créer une impulsion d'une largeur compatible avec la durée minimale acceptable par le module de comptage CPT4V de la carte PB8031 (≅200ns). Sur le front descendant de cette impulsion, un deuxième monostable M2 produit une petite impulsion d'environ 50ns qui désarme la bascule. L'oscillogramme de la figure A3-2-6 montre un écho produit par la réflection d'une impulsion ultrasonore sur une particule et amplifiée par le récepteur REC et la sortie logique du détecteur (detect_in) correspondante.

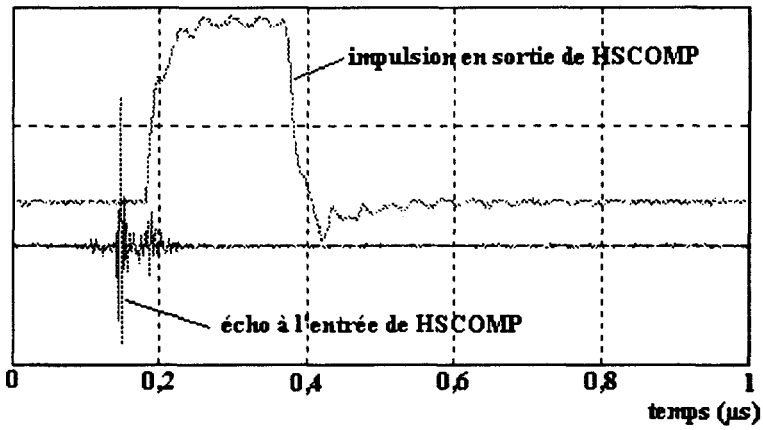


Figure A3-2-6. Echo à l'entrée du détecteur HSCOMP et impulsion de comptage en sortie.

Les performances de ce détecteur sont illustrées par l'oscillogramme de la figure A3-2-7, où l'on présente une portion agrandie d'un écho à l'entrée du détecteur et la valeur du seuil correspondant à la limite de fonctionnement. La mesure de la largeur minimale de l'impulsion détectée donne 1,8ns environ (550MHz).

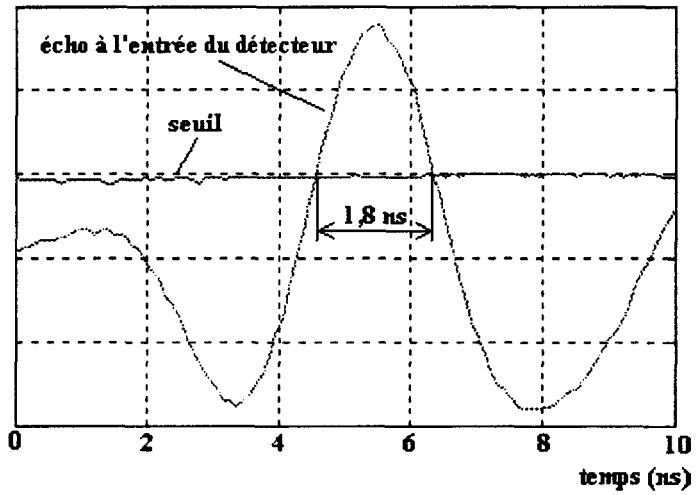


Figure A3-2-7. Mesure de la largeur d'impulsion minimale mesurable par le détecteur rapide HSCOMP.

4- La carte synchro-détection SDET

Le module SDET est destiné à la génération de l'ensemble des signaux logiques et analogiques de contrôle des éléments du rack haute fréquence. Son synoptique est donné à la figure A3-2-8 Cette carte est pilotée par une unité centrale (CUCHF) à microcontrôleur dont nous parlerons succintement dans le paragraphe suivant. Deux convertisseurs digitaux analogiques (DAC1 et DAC2), tous deux pourvus de leur propre référence (ref1 et ref2), permettent la génération de diverses sources de tension continue telles que le contrôle du gain de réception (GAIN) et le seuil de détection appliqué au détecteur rapide HSCOMP (SEUIL). Pour ce dernier, l'un des convertisseurs permet le réglage grossier du seuil et l'autre, le réglage fin, les deux seuils étant additionnés par un sommateur.

En ce qui concerne les signaux logiques, l'ensemble de la carte est cadencée par un circuit qui produit une horloge de base TRUS correspondant à la récurrence des impulsions ultrasonores. Ce signal est constitué d'impulsions de largeur égale à 125ns et dont le taux de récurrence T_r est

réglable de 1 à 100µs par pas de 1µs. Ce "timer" est synchrone de l'horloge principale de l'unité centrale CUCHF. Le signal TRUS permet, à l'aide de quelques monostables, de générer les impulsions de déclenchement d'émission (emp) ainsi que la porte d'effacement (efp). Il fournit également le signal de synchronisation externe de l'unité de visualisation DSO. Deux signaux, O1 et O2, permettent par combinaisons logiques la construction des portes pre_eff et p_mesure (voir le chronogramme de la figure A3-2-10).

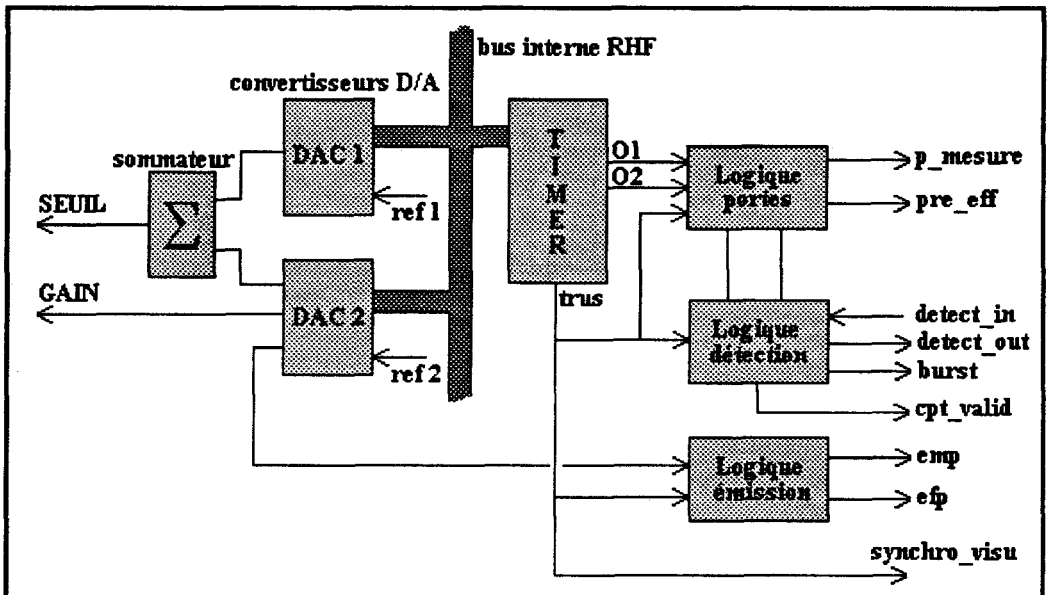


Figure A3-2-8. Synoptique de la carte synchro_détection SDET du rack RHF.

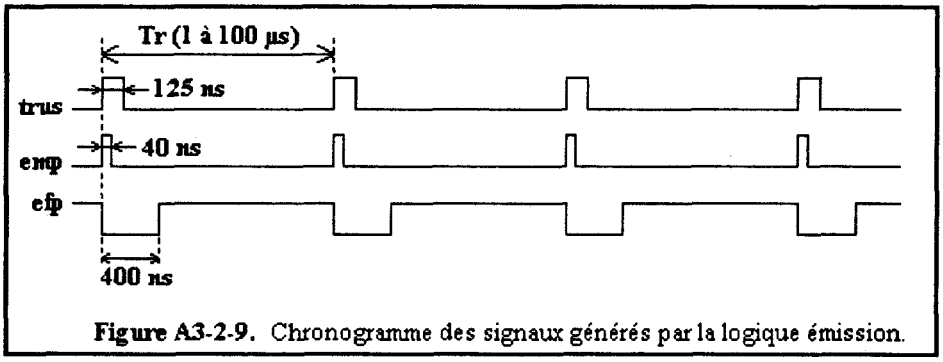


Figure A3-2-9. Chronogramme des signaux générés par la logique émission.

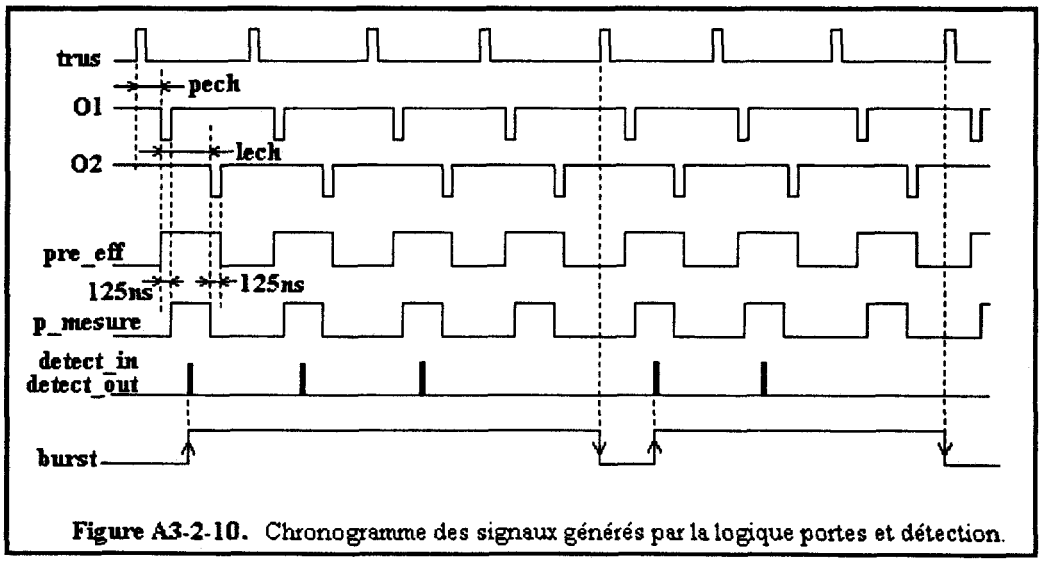


Figure A3-2-10. Chronogramme des signaux générés par la logique portes et détection.

5- Traitement des détections multiples

Cette partie, dénommée logique de détection sur le schéma de la figure A3-2-8 est un peu particulière. Elle est destinée à extraire l'information de salves correspondant aux réflexions multiples sur les particules, conformément à la description du phénomène donnée au début de ce chapitre. Le signal de salves (burst) est armé par la première détection sur une particule et désarmé dès qu'il s'est produit un tir ultrasonore sans détection. Ce signal est construit par une combinaison judicieuse des différents signaux logiques de la carte et des impulsions de détection (figure A3-2-10).

6- La carte unité centrale CUCHF

Cette carte est le centre nerveux du rack haute fréquence (figure A3-2-11). Elle est organisée autour d'un microcontrôleur Intel 8031 et n'appelle aucun commentaire particulier du fait qu'elle possède une structure tout à fait identique à l'unité centrale UC de la carte PB8031. Son rôle essentiel est d'interpréter et de distribuer les commandes de configuration (gain, seuil, portes,...) reçues par interface série RS232 en provenance de la carte PB8031. Trois voyants LEDs permettent de visualiser l'état du rack (occupé, attente, erreur).

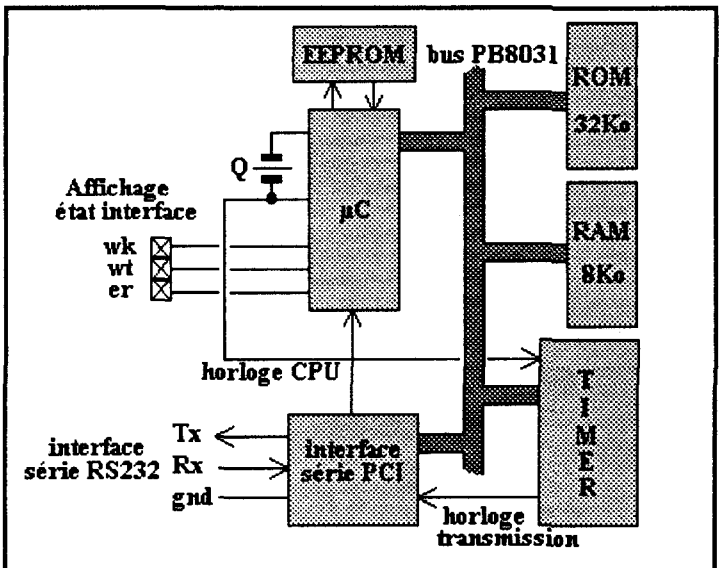


Figure A3-2-11. Synoptique unité centrale CUCHF du rack RHF.

- Annexe 3-3 -

Estimation par intervalle des paramètres statistiques d'une distribution de mesures expérimentales

1- Problème général

Le problème posé est lié à l'échantillonnage. Pour avoir une idée exacte sur un phénomène, il faudrait réaliser une infinité d'observations. On conçoit aisément qu'il est impossible de réaliser cette condition. Si la population totale ou population mère est caractérisée par une loi théorique, nous n'avons à notre disposition qu'une image plus ou moins fine de cette population reflétée par un nombre d'observations volontairement restreint: l'échantillon. Il s'agit ici d'obtenir, à partir de l'échantillon, des informations applicables à la population mère. Dans le cas où cette dernière obéit à une loi statistique (connue ou supposée), il s'agira de déterminer, à l'aide des données de l'échantillon, les valeurs de ses principaux paramètres caractéristiques c'est-à-dire la moyenne et l'écart-type.

Une des méthodes d'estimation d'un paramètre consiste à rechercher une valeur numérique de ce paramètre à l'aide d'un estimateur. La valeur de ce dernier constitue une estimation ponctuelle du paramètre. Il faut ensuite vérifier que, sur un grand nombre d'échantillons de la population mère, la distribution de l'estimateur ne soit pas trop dispersée, ce qui permet de caractériser son efficacité.

En analyse des données, on préfère à l'estimation ponctuelle, une estimation par intervalle où la qualité de l'estimation est définie par un intervalle possédant une forte probabilité de contenir la vraie valeur du paramètre. Cet intervalle est choisi avec un niveau de confiance α de telle façon que la probabilité que la vraie valeur du paramètre soit dans cet intervalle soit de α. Le taux de rejet qui constitue le risque inhérent à l'estimation est évidemment $(1-\alpha)$.

2- Estimation de la moyenne

Nous présentons succintement ici, les différents cas de figure de l'estimation de la moyenne sur un échantillon. Cet échantillon est constitué de **n** observations X_i dont on peut calculer la moyenne expérimentale:

$$\langle X \rangle = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} X_i$$

1° cas: Les données X_i suivent une loi normale de moyenne **m** et d'écart-type σ:

$$X_i \sim N(m, \sigma)$$

❍ Si l'écart-type σ est connu:

La variable réduite $\mathbf{Z_n}$ suit une loi normale centrée réduite:

$$Z_n = \frac{\langle X \rangle - m}{\sigma/\sqrt{n}} \sim N(0,1)$$

L'intervalle de confiance au niveau α est déterminé par la recherche de la valeur $\mathbf{Z_\alpha}$ (par calcul ou avec une table de la loi normale centrée réduite) satisfaisant à la condition:

$$\mathbf{Prob}(\,|Z_n| \leq Z_\alpha\,) = \alpha$$

Ce qui permet d'encadrer l'estimation de la moyenne **m** par:

$$\langle X \rangle - Z_\alpha\, \sigma/\sqrt{n} \leq m \leq \langle X \rangle + Z_\alpha\, \sigma/\sqrt{n}$$

Où α est la probabilité que la vraie valeur de la moyenne se trouve dans cet intervalle. Les niveau de confiance α les plus communément utilisés sont:

$$\alpha = 90\% \Rightarrow Z_\alpha = 1{,}645$$
$$\alpha = 95\% \Rightarrow Z_\alpha = 1{,}96$$
$$\alpha = 99\% \Rightarrow Z_\alpha = 2{,}576$$

❍ Si l'écart-type σ est inconnu, on l'approxime par son estimateur non biaisé:

$$s' = \left[\sum_{i=1}^{n} \frac{(X_i - \langle X \rangle)^2}{n-1} \right]^{1/2}$$

Si l'échantillon est grand, c'est-à-dire en partique **n≥30**, on est ramené au cas où l'écart-type est connu. La variable réduite $\mathbf{Z_n}$ suit une loi normale centrée réduite:

$$Z_n = \frac{\langle X \rangle - m}{s'/\sqrt{n}} \sim N(0,1)$$

Par le même procédé, on peut construire l'intervalle au niveau de confiance α encadrant la moyenne estimée:

$$\langle X \rangle - Z_\alpha\, s'/\sqrt{n} \leq m \leq \langle X \rangle + Z_\alpha\, s'/\sqrt{n}$$

Lorsque l'échantillon est petit, c'est-à-dire **n<30**, la variable réduite $\mathbf{Z_n}$ suit une loi de Student à **(n-1)** degrés de liberté:

$$Z_n = \frac{\langle X \rangle - m}{s'/\sqrt{n}} \sim T_{n-1}$$

L'intervalle de confiance est construit de la même façon en recherchant la valeur Z_α correspondant au niveau de confiance α dans la table de la loi de Student.

<u>2° cas</u>: Les données X_i suivent une loi quelconque.

Si l'échantillon est grand la variable Z_n suit une loi normale centrée réduite en prennant σ ou s' suivant que l'écart-type est connu ou non. L'intervalle de confiance est déterminé par le même principe que précédemment.
Si l'echantillon est petit, il n'est pas possible de conclure.

On trouvera un résumé des différents cas de figure de l'estimation de la moyenne dans le tableau ci-dessous:

Loi des X_i	Loi Normale		Loi Quelconque	
	$n < 30$	$n \geq 30$	$n < 30$	$n \geq 30$
σ connu	$\frac{\langle X \rangle - m}{\sigma/\sqrt{n}} \sim N(0,1)$	$\frac{\langle X \rangle - m}{\sigma/\sqrt{n}} \sim N(0,1)$		$\frac{\langle X \rangle - m}{\sigma/\sqrt{n}} \sim N(0,1)$
σ inconnu	$\frac{\langle X \rangle - m}{s'/\sqrt{n}} \sim T_{n-1}$	$\frac{\langle X \rangle - m}{s'/\sqrt{n}} \sim N(0,1)$		$\frac{\langle X \rangle - m}{s'/\sqrt{n}} \sim N(0,1)$

- Annexe 3-4 -

Test d'ajustement à une loi statistique

1- Principe général

A partir de **N** observations expérimentales X_i sur un échantillon, on se propose de tester l'hypothèse:

H_0: " X suit une loi du type F ".

A partir des données expérimentales, on construit un histogramme comportant **k** classes C_i (i=1,2,...,k) possèdant chacune l'effectif n_i. L'effectif total de l'histogramme est évidemment **N**.

La méthodologie consiste à comparer les effectifs expérimentaux n_i des classes C_i avec les effectifs théoriques T_i que l'on obtiendrait si le phénomène suivait la loi considérée. L'effectif théorique est déterminé à partir de la probabilité p_i que **X** prenne la valeur n_i quand **X** suit la loi théorique:

$$T_i = N.p_i$$

Avec: $p_i = \text{Prob}(X \in C_i)$

On construit ensuite l'indicateur d'écart **K**:

$$K = \sum_{i=1}^{k} \frac{(n_i - T_i)^2}{T_i}$$

Si l'échantillon est grand ($N \geq 30$) et si les effectifs théoriques de chaque classe sont suffisants ($T_i \geq 5$) alors on peut considérer que la variable **K** suit une loi du χ^2 à ν degrés de liberté:

$$\nu = k - r - 1$$

Où **r** est le nombre de paramètres à estimer de la loi théorique.

2- Critère de décision

La table du χ^2 de Pearson donne, pour un degré de liberté ν et pour un seuil critique α, le nombre **D** tel que:

$$\text{Prob}(X \geq D) = \alpha$$

Si **K<C**, l'hypothèse d'ajustement des données de l'échantillon à la loi théorique considérée peut être acceptée.

- Annexe 4-1 -

Densité volumique, fraction volumique, facteur de dilution et espacement moyen

Nous définissons ici, les quelques termes utilisés dans ce mémoire pour caractériser la concentration en particules d'une suspension.

1- Densité volumique

On définit la densité volumique **n** de particules par le rapport entre le nombre de particules **N** contenues dans le volume de l'échantillon $\mathbf{V_e}$:

$$n = N/V_e \qquad (mm^{-3})$$

La densité volumique n'a de sens que pour une taille donnée des particules. Dans le cas d'une distribution granulométrique, on associe à chaque classe granulométrique une densité volumique de particules.

2- Fraction volumique

La fraction volumique α d'une suspension est le rapport entre le volume total occupé par les **N** particules contenues dans un volume $\mathbf{V_e}$ et ce volume:

$$\alpha = N.V_{part}/V_e \qquad (\%)$$

Où $\mathbf{V_{part}}$ est le volume d'une particule. Cette grandeur nécessite la connaissance de la forme de la particule (sphère, ellipsoïde, bâtonnet,.....). Il s'ensuit immédiatement que la fraction α peut s'exprimer en fonction de la densité volumique:

$$\alpha = n.V_{part} \qquad (\%)$$

3- Facteur de dilution

Le facteur de dilution $\mathbf{D_n}$ définit le fractionnement d'un échantillon. A partir d'une suspension de densité volumique de particules **n**, la dilution de facteur $\mathbf{D_n}$ donne une suspension de densité volumique **n'**:

$$n' = n.D_n$$

4- Espacement moyen entre particules

On se propose de déterminer ici, la distance moyenne entre deux particules voisines. Ce calcul n'est possible que dans l'hypothèse d'un arrangement spatial de particules donné. On suppose que toutes les particules sont réparties de façon homogène dans la suspension et qu'elles sont toutes espacées de la même quantité ****, chaque particule étant placée au centre d'un cube d'arrête **** (figure A4-1-1).

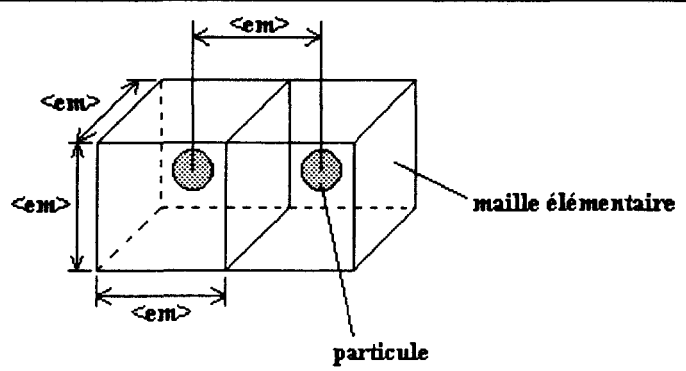


Figure A4-1-1. Structure cubique centrée adoptée pour définir l'espacement moyen entre particules.

Le volume total de l'échantillon V_e est donné par le nombre de mailles élémentaires de volume $<em>^3$, chaque maille correspondant à une particule:

$$V_e = N.<em>^3$$

D'autre part, le volume de l'échantillon est donné en fonction de la fraction volumique:

$$V_e = N.V_{part}/\alpha$$

D'où l'on déduit l'espacement moyen ****:

$$<em> = \sqrt[3]{[V_{part}/\alpha]}$$

Ou en fonction de la densité volumique de particules:

$$<em> = 1/\sqrt[3]{n}$$

Dans le cas de particules sphériques de rayon **R**: $V_{part} = (4/3)\pi R^3$, l'espacement moyen s'exprime par:

$$<em> = R.\sqrt[3]{[4\pi/3\alpha]}$$

- Annexe 4-2 -

Viscosité des suspensions

Nous présentons ici, de façon synthétique, quelques problèmes liés à la viscosité des suspensions.

1- Aspect élémentaire du phénomène de viscosité

On suppose, pour la simplicité de la présentation, un écoulement entre deux plans parallèles infinis dont l'un est immobile (plan inférieur par exemple). Le plan supérieur se déplace à la vitesse tangentielle $\mathbf{v_t}$ sous l'action d'une force de cisaillement $\mathbf{F_t}$. Ce déplacement se communique dans les couches successives de fluide (figure A4-2-1).

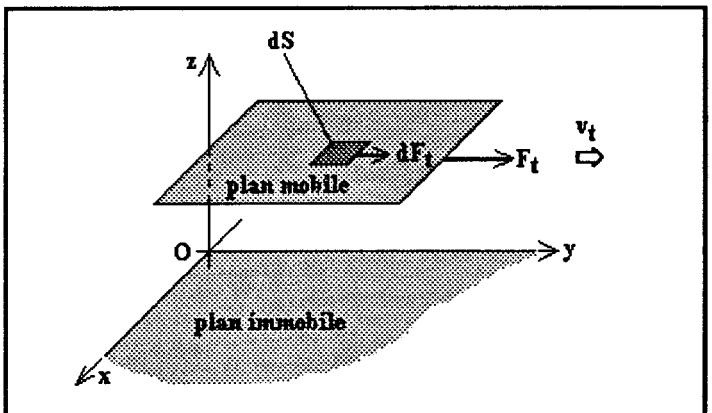


Figure A4-2-1. Modèle d'écoulement plan sur plan.

Considérons un élément de surface **dS** de ce plan soumis à la force de cisaillement $\mathbf{dF_t}$. La viscosité dynamique η est définie par le rapport entre la contrainte de cisaillement $\tau = \mathbf{dF_t/dS}$ et le gradient de vitesse $\gamma = \mathbf{dv_t/dz}$:

$$\tau = \eta.\gamma$$

Cette relation n'est valable que dans le cas d'écoulements laminaires pour lesquels les couches de fluide glissent les unes sur les autres sans mouvement turbulent. Dans le cas de fluides newtoniens, la viscosité η est indépendante du gradient de vitesse γ. Si η est une fonction de γ, le fluide est dit non-newtonien.

La viscosité d'un fluide dépend de multiples facteurs parmi lesquels on peut citer:

- la température.
- la nature chimique du fluide.

- la pression.
- le temps pour lequel on distingue deux types de comportement:

  * les fluides thixotropiques qui à contrainte τ constante voient leur viscosité diminuer lorsque la durée d'application de cette contrainte augmente.
  * les fluides antithixotropiques qui à contrainte τ constante voient leur viscosité augmenter lorsque la durée d'application de cette contrainte augmente.

- le gradient de vitesse pour les fluides non-newtoniens.

Pour ces derniers, on distingue de façon générale, deux catégories de fluides:

- les liquides rhéofluidifiants pour lesquels la viscosité diminue lorsque la contrainte augmente.
- les liquides rhéoépaississants pour lesquels la viscosité augmente lorsque la contrainte augmente.

Il faut noter que la conjugaison du temps et de la contrainte donne naissance à des phénomènes dits rhéopexiques dont l'approche est très complexe. La figure A4-2-2 présente le rhéogramme (caractéristique $\gamma=f(\gamma)$) des principaux types de fluide.

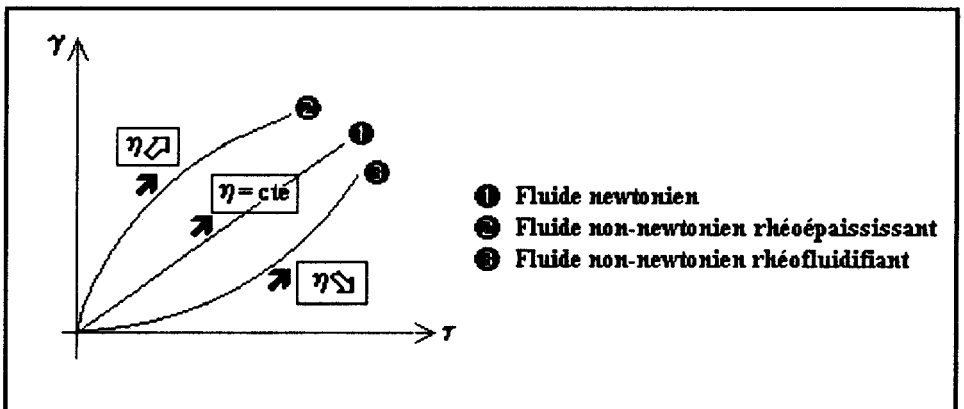


Figure A4-2-2. Rhéogramme des trois principaux types de fluide.

2- Viscosité des suspensions homogènes monodisperses

La viscosité d'une suspension des particules solides dans un fluide dépend d'un grand nombre de paramètres:

- la viscosité du solvant (fluide porteur) qui peut avoir toutes les propriétés évoquées dans le paragraphe précédent.
- la forme des particules en suspension. Les modèles théoriques sont généralement établis pour des formes sphériques ou ellipsoïdales.
- la taille des particules. Les modèles théoriques prennent deux directions suivant les tailles envisagées:

  * pour les petites tailles (**≤10 µm**) , les suspensions sont traitées par la mécanique des fluides en suspension à partir du mouvement brownien.
  * pour les tailles plus importantes, les suspensions sont traitées par la mécanique des milieux continus à partir des forces de frottement par viscosité.

- la concentration en particules.
- la charge électrique. Le frottement des particules sur le fluide peut provoquer l'apparition de charges électriques qui modifient les potentiels d'interaction et la mobilité des particules, conduisant à un accroissement de la viscosité par effet électrovisqueux.
- la contrainte de cisaillement. Les suspensions ont généralement un comportement non-newtonien. Aux concentrations faibles, le comportement est souvent rhéofluidifiant. Pour des concentrations plus élevées, le comportement devient très complexe avec apparition de phénomènes rhéopexiques.
- la température. Hormis l'effet de la température ambiante, les frottements provoquent une dissipation d'énergie visqueuse par effet thermique qui modifie la viscosité du solvant.

3- Effet de la concentration en particules

Pour de faibles concentrations et lorsque les phénomènes d'électroviscosité peuvent être négligés, la viscosité d'une suspension peut être exprimée sous la forme d'un développement du deuxième ordre:

$$\eta/\eta_s = 1 + \eta_0.c + k_H.\eta_0^2.c^2 + \varepsilon$$

Où:
- η_0 est la viscosité intrinsèque (pente à l'origine de la caractéristique $\eta/\eta_s(c)$).
- η_s est la viscosité du solvant.
- η est la viscosité de la suspension.
- c la concentration en particules.
- k_H est la constante de Huggins (0.4 à 2.5).

L'évolution de ce modèle est présenté sur la figure A4-2-3.

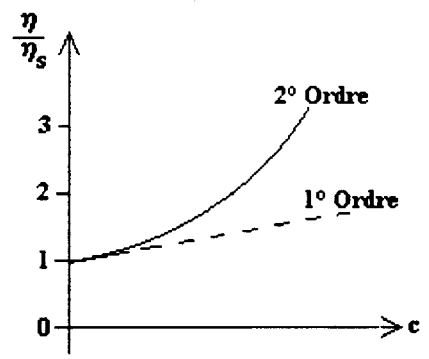


Figure A4-2-3. Evolution de la viscosité d'une suspension en fonction de la concentration suivant le modèle de Huggins.

Pour les fortes concentrations, une centaine de modèles semi-empiriques sont proposés par différents auteurs. La validité de ces modèles est encore mal définie.

- Annexe 4-3 -

Le sang

1- Propriétés générales

Le sang est un élément liquide, hétérogène, qui est contenu dans le système circulatoire et qui irrigue tous les tissus de l'organisme. Il apporte les nutriments et l'oxygène nécessaires aux différents métabolismes et entraîne les déchets vers les organismes évacuateurs (reins, poumons, peau, intestins). C'est une suspension de cellules ou globules rouges dans un liquide complexe: le plasma.

La phase solide est essentiellement constituée d'hématies (globules rouges) qui sont de loin les plus nombreux comparativement aux leucocytes (globules blancs) et aux thrombocytes (plaquettes sanguines). Le nombre de ces différents constituants varie d'un individu à l'autre:

- Hématies: 4,5 à 5,5 Millions/mm^3
- Leucocytes: 5000 à 8000 /mm^3
- Thrombocytes: 200000 à 400000 /mm^3

Les hématies, qui donnent sa coloration rouge au sang, sont des cellules dépourvues de noyau. Elles ont une forme biconcave de diamètre égal à **7 µm** et d'épaisseur **2 µm** et sont constituées d'une fine membrane **(0,01 µm)** emprisonnant une solution complexe composée notamment d'hémoglobine.

Un paramètre important dans la caractérisation du sang est l'hématocrite qui représente la fraction volumique globulaire d'un échantillon sanguin. L'hématocrite est de l'ordre de **45 %** du volume total. Il est fonction de la personne, de son sexe et de son état pathologique.

La phase plasmatique est une phase liquide complexe, jaunâtre, peu visqueuse et un peu plus dense que l'eau ($\rho \cong 1{,}05$). Il est constitué de **90%** d'eau et de **10 %** de substances propres (protéïnes, sels minéraux, nutriments, déchets, facteurs de coagulation, hormones, gaz dissous,....).

2- Propriétés acoustiques du sang

Nous donnons ici, les caractéristiques de vitesse longitudinale et d'impédance proposées par différents auteurs **[JON84, SHU]** pour le sang total, le plasma et les hématies à **21 °C**.

* Sang total: $v_{sg} = 1570$ m/s
  $Z_{sg} = 1{,}61.10^6$ kg/m^{2}s

* Plasma: $v_{ps} = 1547$ m/s
  $Z_{ps} = 1{,}58.10^6$ kg/m^{2}s

* Hématies: $v_{ht} = 1639$ m/s
  $Z_{ht} = 1{,}79.10^6$ kg/m^{2}s

3- Propriétés rhéologiques du sang [BOR90]

L'hémorhéologie étudie la viscosité du sang qui peut refléter certains états pathologiques. La viscosité du sang dépend des propriétés du plasma et des hématies ainsi que de leur concentration. Les principales propriétés de la viscosité du sang dépendent de:

- la viscosité plasmique liée aux protéines en solution.
- l'hématocrite.
- l'aggrégation des hématies pour le sang au repos ou en écoulement à faible gradient de vitesse.
- la déformabilité et l'orientation des hématies.

La courbe ci-après montre l'évolution de la viscosité η du sang normal (courbe 1) en fonction de la contrainte de cisaillement τ et la comparaison avec un sang comportant un agent anti-agrégant (courbe 2) et un agent de durcissement des hématies (courbe 3) **[BOR90]**.

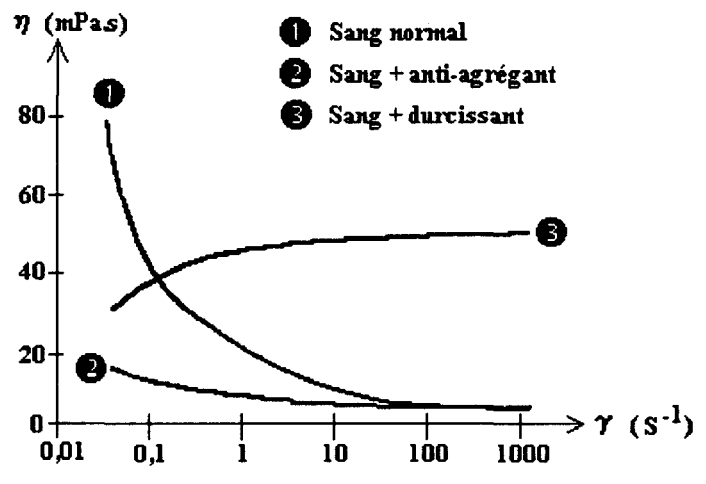


Figure A4-3-1. Viscosité du sang en fonction du gradient de vitesse.

Le sang normal (1) et le sang additionné d'un agent anti-agrégant (2) ont un comportement rhéofluidifiant puisque la viscosité diminue avec la contrainte. Au delà d'une certaine limite de contrainte, le comportement en quasi-newtonien ($\eta \equiv$cte). Lorsque la déformabilité des hématies est suprimée (sang à hématies durcies (3)), le comportement est plutôt rhéoépaississant pour devenir également quasi-newtonien pour les contraintes élevées.

Viscosité plasmatique

Le comportement du plasma est newtonien. Sa viscosité dépend de la température et des protéines en solution dans celui-ci. Certaines pathologies conduisent à un état hypervisqueux ou plus rarement hypovisqueux.

Viscosité en fonction de l'hématocrite

La viscosité du sang dépend de l'hématocrite suivant une loi expérimentale que de nombreux chercheurs ont tenté de quantifier:

$$\eta = \eta_0.(1-k.H)^{-2}$$

Où **k** est une constante et **H** l'hématocrite.

Résumé

Le comptage de particules constitue une activité primordiale dans le secteur biomédical. Nous proposons, dans ce travail, une méthode de comptage originale par rapport aux techniques classiques (optiques ou électriques). L'utilisation d'ultrasons haute fréquence focalisés permet de réaliser des comptages directement dans le milieux de culture sans qu'il soit nécessaire d'effectuer des dilutions et sans danger pour le milieux. Un modèle linéaire de comptage nous a conduit à concevoir un prototype de compteur dont nous donnons la description dans ce mémoire. Le principe a été validé sur quelques milieux tels que des suspensions de sphères de latex, des solutions de tétrahyménas et du sang humain.

Mots clefs

Comptage de particules - Ultrasons - Haute Fréquence - Biomédical

Abstract

The particle counting techniques constitute a very important field in the biomedical area. Our aim, in this work, is to design a new, original, method for this purpose, to implement it, and to show its feasability. Using high frequency focused ultrasound provides a direct counting method, without neither dilution nor deterioration of the media. All parts of our system are theoretically analysed and a simple linear model is developped for the counting process. We describe the realization of our prototype. The principle is finally validated using different experimental media, such as latex spheres suspensions, tetrahymenas and human blood.

Keywords

Particles counting - Ultrasounds - High frequency - Biology

Bibliotheque..Universitaire..de..Valenciennes

00904452