



HAL
open science

Utilisation de micropoutres sans couche sensible en vibration pour la détection d'espèces gazeuses : réalisation d'un réseau gaz pilotable

Vincent Cuisset

► To cite this version:

Vincent Cuisset. Utilisation de micropoutres sans couche sensible en vibration pour la détection d'espèces gazeuses : réalisation d'un réseau gaz pilotable. Instrumentations et Détecteurs [physics.ins-det]. 2010. dumas-00523378

HAL Id: dumas-00523378

<https://dumas.ccsd.cnrs.fr/dumas-00523378>

Submitted on 5 Oct 2010

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.

MEMOIRE
présenté en vue d'obtenir

le **DIPLOME D'INGENIEUR CNAM**

Spécialité : Instrumentation et Mesures

Option : Métrologie et Qualité

Par

Vincent CUISSET

Utilisation de micropoutres sans couche sensible en
vibration pour la détection d'espèces gazeuses –
Réalisation d'un réseau gaz pilotable.

Soutenu le 20 juillet 2010

JURY

PRESIDENT :

Monsieur Marc HIMBERT, Directeur de l'Institut National de Métrologie au CNAM-PARIS.

MEMBRES :

Madame Isabelle DUFOUR, Professeur à l'Université Bordeaux 1, Laboratoire IMS, Responsable régionale de la spécialité mesure analyse.

Monsieur Benjamin GAUFRES, Professeur agrégé à l'IUT-MP de l'Université Bordeaux I.

Monsieur Jacques GRISLAIN, ancien responsable régional de la spécialité Mesure.

Madame Céline POULIER, Docteur R&D, PACT.

Monsieur Johan BERTRAND, Docteur R&D, ANDRA.

MEMOIRE
présenté en vue d'obtenir

le **DIPLOME D'INGENIEUR CNAM**

Spécialité : Instrumentation et Mesures

Option : Métrologie et Qualité

Par

Vincent CUISSET

Utilisation de micropoutres sans couche sensible en
vibration pour la détection d'espèces gazeuses –
Réalisation d'un réseau gaz pilotable.

Soutenu le 20 juillet 2010

JURY

PRESIDENT :

Monsieur Marc HIMBERT, Directeur de l'Institut National de Métrologie au CNAM-PARIS.

MEMBRES :

Madame Isabelle DUFOUR, Professeur à l'Université Bordeaux 1, Laboratoire IMS, Responsable régionale de la spécialité mesure analyse.

Monsieur Benjamin GAUFRES, Professeur agrégé à l'IUT-MP de l'Université Bordeaux I.

Monsieur Jacques GRISLAIN, ancien responsable régional de la spécialité Mesure.

Madame Céline POULIER, Docteur R&D, PACT.

Monsieur Johan BERTRAND, Docteur R&D, ANDRA.

RESUME

Utilisation de micropoutres sans couche sensible en vibration pour la détection d'espèces gazeuses – Réalisation d'un réseau gaz pilotable.

Mémoire d'ingénieur C.N.A.M., Bordeaux 2010

Ce mémoire concerne l'étude et l'optimisation de l'instrumentation nécessaire à la caractérisation de micropoutres en silicium, de la famille des microsystèmes électromécaniques (MEMS), utilisées notamment pour la détection d'une grande variété d'analytes.

Afin de caractériser le comportement des micropoutres vis à vis d'un changement de propriétés physiques du fluide environnant, une première partie de cette étude concerne la réalisation d'un nouveau réseau gaz pilotable sous *LabVIEW*, qui permettra de générer un mélange de gaz, sous débit contrôlé, en définissant une concentration massique souhaitée d'un ou plusieurs constituants du mélange.

La deuxième partie concerne l'utilisation de ce réseau gaz et des micropoutres en silicium disponibles au Laboratoire IMS pour effectuer des détections chimiques en milieu gazeux. Le principe de la détection est essentiellement basé sur la dépendance de la masse volumique et de la viscosité des mélanges gazeux en fonction de la concentration des espèces.

Les mesures seront effectuées avec différents mélanges de gaz et de micropoutres et les résultats seront confrontés aux modèles analytiques existants.

Mots clefs : micropoutres, réseau gaz, concentration, débit, masse volumique, mélanges gazeux.

ABSTRACT

This report concerns study and optimization of the needed instrumentation for the characterization of silicon cantilevers, which are included in the family of the ElectroMechanical MicroSystems (MEMS), used notably for the detection of a lot of variety of analytes. In order to characterize the behaviour of cantilevers to a change of the physical properties of the surrounding media, the first part of this study concerns the realization of a new gas network pilotable under *LabVIEW*, which will allow to generate a gas mixture, under controlled flow, by defining a desired concentration of one or several constituents of the mixture. The second part concerns the use of this gas network and available silicon microcantilevers in the IMS Laboratory, to perform chemical detections in gaseous environment. The principle of detection is based on the dependency of both the density and the viscosity of gaseous mixtures, according to the concentration of analytes. Measurements will be performed with different gas mixtures and microcantilevers. The results will be confronted to the analytical models.

Key Words : microcantilevers, gas network, concentration, flow, density, gaseous mixtures.

REMERCIEMENTS

Je tiens avant tout à remercier chaleureusement Madame Isabelle DUFOUR pour m'avoir accueilli au sein de l'équipe MMM du Laboratoire IMS. Ses nombreux conseils, sa sympathie et son soutien dans les moments les plus difficiles m'ont permis de mener à bien ce projet dans d'excellentes conditions.

Je remercie Monsieur Jacques GRISLAIN pour toute son aide lors de la mise en place de ce mémoire d'ingénieur ; cette mise en place s'est en effet avérée complexe et délicate et son soutien m'a été précieux.

J'adresse également ma reconnaissance particulière à Monsieur Benjamin GAUFRES, sans qui je n'aurais pas fait ce stage à l'IMS.

Je tiens à remercier Monsieur Marc HIMBERT de me faire l'honneur de présider le jury de ce mémoire, ainsi que pour m'avoir sensibilisé aux enjeux de la métrologie légale et industrielle, développés dans l'unité d'enseignement CNAM MTR204. Cette formation m'a été d'une grande utilité lors de mon expérience professionnelle et durant la rédaction de ce mémoire.

J'adresse également mes sincères remerciements à Madame Céline POULIER et Monsieur Johan BERTRAND pour l'intérêt qu'ils ont bien voulu porter à ce travail, en participant au jury de ce mémoire.

Je remercie particulièrement Monsieur Alain DUBROUS, responsable de la société E.M.I, pour la qualité de son travail lors de la réalisation du nouveau réseau gaz ainsi que pour sa patience, compte tenu de mes exigences.

De mes anciens collègues d'Air Liquide, je remercie mon ami Charly PAIRAUD pour ses conseils avisés lors de la conception du réseau gaz ainsi que Didier VITTU pour m'avoir fait bénéficier du prêt d'un analyseur de concentration.

Je remercie Monsieur Philippe BREUIL, ingénieur à l'Ecole Nationale Supérieure des Mines à Saint-Etienne pour la qualité de nos échanges sur les caractéristiques techniques des régulateurs de débits et leurs incertitudes associées.

Je remercie également Madame Claire RIVENC, professeur à l'IUT Mesures Physiques de Talence, pour ses conseils lors de l'ébauche des calculs d'incertitude.

Je remercie Monsieur Guy-Philippe LEGER, enseignant-chercheur à l'IMS, pour son aide lors de la réalisation du circuit d'interfaçage.

J'adresse un remerciement particulier à Monsieur Claude PELLET, Directeur-adjoint du département COFI, pour la confiance qu'il m'a accordé en me proposant un poste d'assistant-ingénieur au sein de l'IMS, alors que mon avenir professionnel était très incertain.

Je tiens également à remercier tous mes collègues thésards et stagiaires de l'équipe MMM pour leur sympathie, leur générosité et le partage de leur savoir. Ils ont su faire de cette année une expérience très agréable et enrichissante.

Je remercie ma famille et mes proches qui m'ont toujours encouragé dans la poursuite de ce cursus d'ingénieur CNAM.

J'ai enfin une dernière pensée pour ma femme Marie, mon fils Jules et sa sœur Inès, née le 12 juin dernier. Ils ont grandement contribué à conserver ma motivation et mon moral dans les moments les plus difficiles.

SOMMAIRE

INTRODUCTION	6
CHAPITRE I – PRESENTATION GENERALE	8
I-1 Laboratoire IMS	8
I-1-1 Historique et missions	8
I-1-2 Domaines de recherche	9
I-1-3 Etat de l’art des microsystèmes.....	10
I-1-4 Présentation du groupe Microsystèmes et des axes de recherche.....	11
I-1-4-1 Structuration	11
I-1-4-2 Collaborations.....	12
I-2 Description et principes d’une micropoutre en silicium	13
I-2-1- Historique et développement	13
I-2-2- Présentation et fonctionnement des micropoutres	15
I-2-2-1 Géométries.....	15
I-2-2-2 Réalisation des micropoutres	16
I-2-2-3 Principes de transduction.....	17
I-2-2-4 Type de vibration.....	18
I-2-2-5 Détections avec ou sans couche sensible.....	18
I-2-3 Modélisation sans pertes et équation différentielle du mouvement.....	19
I-2-4 Expression de la fréquence de résonance d’une micropoutre	20
I-2-5 Types d’actionnement et types de mesures de la fréquence de résonance.....	22
I-2-5-1 Mise en vibration	22
I-2-5-2 L’excitation électromagnétique	23
I-2-5-3 Détection des vibrations	24
I-2-5-3 Mesure en temps réel de la fréquence de résonance.....	24
I-2-5-4 Spectre caractéristique	25
I-2-6 Facteur de qualité	26
I-2-7 Performances en détection et exemples de réalisations	27
CHAPITRE II – MISE EN PLACE ET REALISATION DU RESEAU GAZ	29
II-1 Situation actuelle et objectifs du nouveau réseau gaz.....	29
II-1-1 Cahier des charges	29
II-1-1-1 Etat des lieux	29
II-1-1-2 Développements souhaités	33
II-1-2 Descriptif des propositions de modification de réseau gaz	34
II-1-2-1 Eléments communs des propositions	34
II-1-2-2 Choix d’un réseau gaz 1 ou 2 lignes.....	35
II-1-3 Etude de l’instrumentation nécessaire au fonctionnement du réseau gaz.....	38
II-1-3-1 Configuration possible avec les débitmètres du laboratoire.....	38
II-1-3-2 Suggestion d’acquisition de nouveaux débitmètres	39
II-1-3-3 Débitmètres massiques à effet thermique.....	39
II-1-3-4 Performances requises dans le choix d’un débitmètre	42
II-1-3-5 Comparatif de régulateurs de débits massiques à effet thermique	45
II-1-3-6 Performances requises dans le choix de thermo-hygromètres	47
II-1-3-7 Comparatif de thermo-hygromètres à variation d’impédance, de type capacitif	49
II-1-3-8 Optimisation du circuit d’interfaçage et du pilotage réseau.....	50
II-1-4 Investissement matériel et prestations sous-traitées	50
II-1-5 Estimation des coûts	50
II-2 Réalisation du réseau gaz.....	51
II-2-1 Validation de proposition et conception du réseau.....	51

II-2-2 Réfection du local de stockage et description des bouteilles de gaz utilisées	54
II-2-3 Fonctionnement des principaux organes du réseau	57
II-2-3-1 Débitmètres massiques numériques	57
II-2-3-2 Détendeurs basse pression de canalisations	61
II-2-3-3 Clapets anti-retour	63
II-2-3-4 Vannes et électrovannes	64
II-2-3-5 Thermo-hygromètre et manomètres	68
CHAPITRE III – PILOTAGE DU RESEAU GAZ	71
III-1 Réalisation du circuit d'interfaçage pour le pilotage des électrovannes.....	71
III-1-1 Nécessité de conception d'un nouveau circuit	71
III-1-2 Principe de fonctionnement d'un relais.....	71
III-1-3 Caractéristiques techniques d'un relais électromécanique.....	72
III-1-4 Choix des relais adaptés à l'application de pilotage.....	72
III-1-5 Conception du circuit d'interfaçage	73
III-2 Alimentation électrique et liaison RS232/RS485	77
III-3 Carte d'acquisition National Instruments et boîtier de connexions.....	78
III-4 Programme de pilotage sous <i>LabVIEW</i>	79
III-4-1 Présentation de <i>LabVIEW</i>	79
III-4-2 Mise en œuvre du programme de pilotage	80
III-4-2-1 Face avant du <i>VI</i>	80
III-4-2-2 Diagramme du <i>VI</i>	83
III-4-3 Génération séquentielle et perspectives de développement du programme.....	92
III-5 Détermination des incertitudes liées à la concentration des gaz interférents	93
III-5-1 Identification des sources d'erreurs.....	93
III-5-2 Détermination du modèle mathématique	94
III-5-3 Estimation des incertitudes-types	95
III-5-3-1 Méthodes de «type A» et de «type B»	95
III-5-3-2 Constats de vérification.....	95
III-5-3-3 Critères de prise en compte des incertitudes-types	96
III-5-3-4 Incertitude-type liée à la concentration massique initiale du constituant n	97
III-5-3-5 Incertitude-type liée à la mesure du débit d_n par le régulateur associé au gaz interférent n	99
III-5-3-6 Incertitude-type liée aux spécifications fournisseur du régulateur de débit massique associé au gaz vecteur,	102
III-5-4 Calcul de l'incertitude-type composée associée à la valeur de concentration massique demandée par l'opérateur.....	102
III-5-5 Calcul de l'incertitude élargie	103
III-5-6 Concentrations générées dans des mélanges gazeux binaires et leurs incertitudes élargies associées	104
III-6 Validation du principe de dilution du réseau gaz	107
CHAPITRE IV- UTILISATION DE MICROPOUTRES SANS COUCHE SENSIBLE POUR LA DETECTION D'ESPECES GAZEUSES	109
IV-1 Situation actuelle et objectifs des détections gazeuses.....	109
IV-2 Modèles théoriques.....	111
IV-2-1 Equations de base.....	111
IV-2-2 Fonction de transfert et fréquence de résonance	112
IV-2-3 Variation relative de la fréquence propre.....	114
IV-2-4 Calcul de la masse volumique et de la viscosité de mélanges gazeux	116
IV-2-4-1 Masse volumique d'un gaz et d'un mélange gazeux	117
IV-2-4-2 Viscosité d'un gaz et d'un mélange gazeux.....	117
IV-3 Mise en œuvre expérimentale.....	118

IV-3-1 Description des éléments techniques du projet	118
IV-3-1-1 L'analyseur gain-phase	118
IV-3-1-2 Piezorésistances et connexions électriques des pistes d'une micropoutre.....	120
IV-3-1-3 Cellule de mesure et vue d'ensemble du réseau gaz.....	123
IV-3-1-4 Génération de vapeurs à l'aide de calibrateurs	125
IV-3-2 Acquisitions et traitements des données	129
IV-3-2-1 Traitement du signal	129
IV-3-2-2 Suivi de phase à fréquence d'excitation fixe	130
IV-3-3 Protocole de mesure	132
IV-4 Résultats en détection	134
IV-4-1 Mélanges Azote - Hydrogène.....	134
IV-4-2 Mélanges Azote - Dioxyde de carbone	140
IV-4-3 Ligne de base Azote / Air.....	141
IV-4-4 Mélanges Air – Hydrogène	143
IV-4-5 Mélange ternaire azote-hydrogène-dioxyde de carbone	148
IV-4-6 Mélange ternaire air reconstitué-hydrogène-dioxyde de carbone.....	150
IV-4-7 Mélange azote-hydrogène et vapeur d'eau	152
IV-4-8 Mélange azote-hydrogène et air-hydrogène - Essais en limite de détection.....	154
IV-5 Synthèse et comparaison des détections.....	158
CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES	162
LISTE DES FIGURES	165
LISTE DES TABLEAUX.....	169
ANNEXE 1 : Schéma de conception dimensionné du réseau gaz	171
ANNEXE 2 : Capteur à conductivité thermique caractérisé par une équipe du centre <i>SPIN</i> de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne	172
ANNEXE 3 : Capacités thermiques molaires des gaz parfaits en fonction de la température.....	173
ANNEXE 4 : Analyse thermodynamique du système de génération d'un mélange gazeux humide	174
BIBLIOGRAPHIE.....	180

INTRODUCTION

Depuis une trentaine d'années, de nombreuses recherches sont menées sur des microsystèmes incluant transducteurs et électronique de traitement, dont la réalisation s'inspire des procédés de fabrication collective de la microélectronique.

Cette miniaturisation couplée à des techniques de détection devient un enjeu important dans de nombreux domaines (biomédical, chimie fine, automobile, spatial, environnement...) et permet de réaliser des projets de grande ampleur, tel le décryptage du génome humain, le contrôle de diverses pollutions de l'air ou encore la fabrication de capteurs de pression résonants équipant les Airbus.

Ces systèmes, incluant parfois l'électronique de traitement et plusieurs capteurs, sont communément classés dans la catégorie des microsystèmes ou MEMS (Micro-Electro-Mechanical Systems) ou encore NEMS (Nano-Electro-Mechanical Systems). Dans cette dernière catégorie de capteurs, les micropoutres sont d'une approche relativement nouvelle et permettent, entre autres, la possibilité d'une miniaturisation du capteur complet grâce à l'intégration de l'électronique et du capteur dans une seule et même puce. Le principe des capteurs résonants à base de micropoutres réside dans la mesure de la perturbation de la fréquence de résonance mécanique. En effet, comme celle-ci dépend, entre autres, de la masse de la structure, il est possible de détecter et mesurer toute variation de masse de la structure en observant la fréquence de résonance.

Dans la continuité des travaux de l'équipe du groupe Microsystèmes du Laboratoire IMS, le projet de recherche proposé s'inscrit dans l'étude du comportement et de la performance de micropoutres en silicium pour la détection d'espèces dans des mélanges gazeux.

Afin d'aboutir à ces objectifs, ce mémoire sera articulé en quatre parties distinctes :

Le premier chapitre se concentre sur une présentation générale des capteurs à base de micropoutres résonantes. La réalisation, les différents principes de mesure, de modélisation et de mise en œuvre des micropoutres sont ainsi développés.

Le deuxième chapitre concerne la réfection d'un réseau gaz, en vue de la génération de gaz ou de mélanges de plusieurs gaz sous débit contrôlé : azote, air synthétique, hydrogène, dioxyde de carbone, méthane et hélium. Le réseau actuel s'avérant inadapté aux différents projets de détection gazeuse par des capteurs ou microcapteurs, un des objectifs de mise en place d'un nouveau réseau gaz réside dans l'apport de pistes concrètes de progrès en matière de sécurité, de précision vis-à-vis des consignes de débits et concentrations et d'optimisation des fluides.

L'objectif est de permettre la génération de concentrations et/ou de débits variables des gaz précités, le contrôle du débit total et le pilotage sous *LabVIEW* du (des) mélange(s) souhaité(s). Ce chapitre décrit alors les étapes de la réalisation du nouveau réseau gaz en fonction d'un cahier des charges spécifique ainsi que la description et le fonctionnement des différents organes afférents au réseau. Une analyse des caractéristiques des régulateurs de débit massique à effet thermique sera particulièrement approfondie, au vu de leur rôle considérable dans le processus de mesure.

Le troisième chapitre est axé sur la mise en place du pilotage sous *LabVIEW* des appareils utilisés, incluant la conception d'un circuit d'interfaçage adapté et la description complète du programme réalisé. Une estimation des incertitudes liées à la réalisation des concentrations massiques générées à l'intérieur d'une cellule de mesure sera également présentée, ainsi que le contrôle de la validité du principe de dilution du réseau gaz pilotable.

Le quatrième chapitre concerne l'utilisation de cette ligne à gaz et des micropoutres en silicium disponibles au Laboratoire IMS pour effectuer des détections chimiques en milieu gazeux, basées

sur la dépendance de la masse volumique et de la viscosité des mélanges gazeux en fonction de la concentration des espèces. Pour mesurer la fréquence de résonance des structures et leur facteur de qualité, l'excitation électromagnétique et la mesure par piézorésistances sont utilisées.

L'objectif est ainsi d'effectuer des mesures avec différentes géométries de micropoutres et différents mélanges de gaz, de confronter les mesures aux modèles analytiques, d'interpréter les mesures en terme de sensibilité, bruit de mesure, limite de détection, et d'étudier l'influence des conditions environnantes sur la réponse des micropoutres.

Ce travail représente également une préparation au projet de l'utilisation de micropoutres sans couche sensible, destinées à contrôler l'environnement gazeux et plus particulièrement des concentrations d'hydrogène dans un stockage souterrain contenant des éléments radioactifs.

Enfin, les performances et les limites de fonctionnement du réseau gaz pilotable seront évoquées en conclusion de ce mémoire, ainsi que les perspectives d'utilisation des micropoutres en silicium sans couche sensible pour la détection d'espèces gazeuses.

CHAPITRE I – PRESENTATION GENERALE

I-1 Laboratoire IMS

I-1-1 Historique et missions

L'IMS est une unité de recherche de l'Institut des Sciences de l'Ingénierie et des Systèmes (INSIS), et rattachée à l'Université Bordeaux I et l'IPB (ENSEIRB- MATMECA et ENSCBP).

Il est né de la fusion entre les laboratoires IXL, LAPS et PIOM. Créé en janvier 2007, ce laboratoire compte actuellement environ 350 personnes et constitue pour l'Aquitaine un pôle de recherche fort oeuvrant dans le domaine des Sciences et Technologies de l'Information et de la Communication (STIC).

Le laboratoire IMS développe des actions de recherche originales et cohérentes dans les domaines suivants :

- La modélisation et l'élaboration des matériaux, des capteurs et des microsystèmes pour les dispositifs électroniques
- La modélisation, la conception, l'intégration et l'analyse de fiabilité des composants, circuits et assemblages
- L'identification, la commande, le diagnostic, le traitement du signal et des images, la supervision et la conduite des processus complexes et hétérogènes.

Les domaines d'application concernent principalement les télécommunications, les transports, la santé et l'énergie (Fig.1.1). Ils sont traités au travers de nombreux projets européens, nationaux ou régionaux [1].

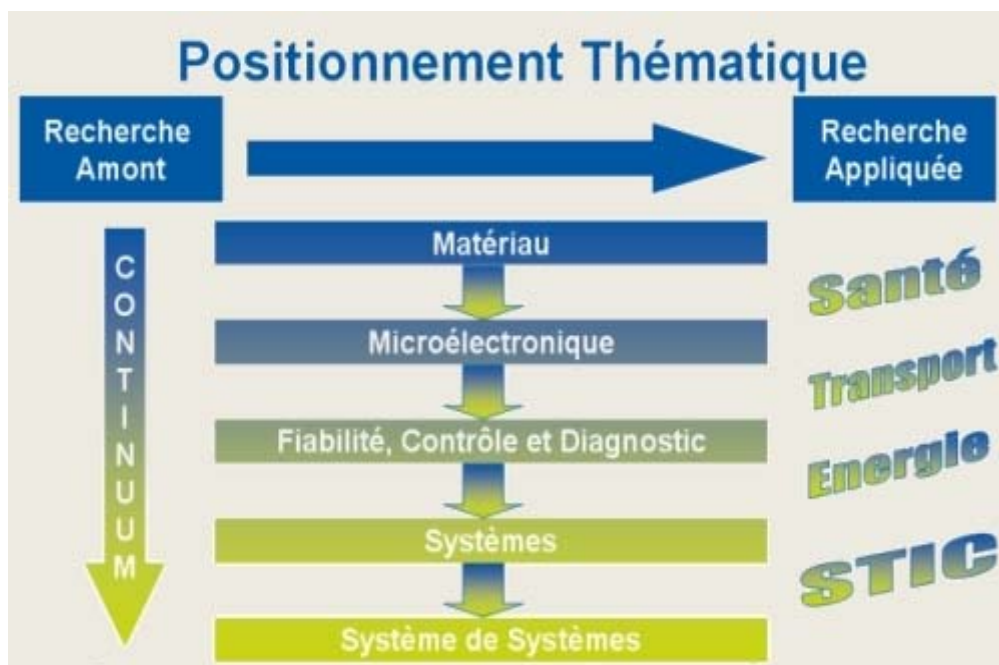


Figure 1.1 : Domaines d'application des études menées à l'IMS

I-1-2 Domaines de recherche

Le laboratoire IMS compte 9 groupes de recherche répartis dans ses 3 départements.

- Département MCM
 - Groupe Matériaux
 - Electronique Organique
 - Matériaux fonctionnalisés pour les hyperfréquences et l'optique
 - Caractérisation électromagnétique de matériaux et télédétection (CEMT)
 - Groupe Microsystèmes
 - Microsystème de détection à ondes acoustiques (MDA)
 - Matériaux Microassemblés pour Microsystèmes (MMM)
 - Groupe Bioélectronique
 - Bioélectromagnétisme (BIO-EM)
 - Ingénierie des systèmes neuromorphiques (ISN)

- Département COFI
 - Groupe Nanoélectronique
 - Test et analyse par faisceaux laser
 - Evaluation et fiabilité des technologies hyperfréquences
 - Modélisation compacte et caractérisation des dispositifs électroniques
 - Groupe Fiabilité
 - Evaluation des Dispositifs Micro et Nano Assemblés
 - Packaging, assemblages et Compatibilité électromagnétique
 - Groupe Conception
 - Convertisseurs Analogiques-Numériques,
 - Conception de systèmes numériques matériels sécurisés
 - Circuits et systèmes radiofréquences et millimétriques
 - Synthèse de filtres et duplexeurs

- Département LAPS :
 - Groupe Automatique
 - Diagnostic à base de modèles, commande tolérante aux fautes et guidage tolérant aux fautes (ARIA)
 - Dérivation non entière : opérateur, outil de modélisation et synthèse dans le corps des complexes
 - Groupe Signal
 - Modèles stochastiques n-D et méthodes d'estimation algébriques et stochastiques
 - Estimation et détection pour des systèmes de télécommunications et de localisation
 - Analyse d'images et de volumes texturés
 - Groupe Productique
 - Aide à la Décision et Conduite
 - Modélisation d'Entreprise et Performances
 - Ingénierie de la conception

Ce mémoire s'est déroulé au sein de l'équipe MMM du département MCM (soulignés ci-dessus).

I-1-3 Etat de l'art des microsystèmes

Le concept de Microsystème est né, à la fin des années 80 aux Etats-Unis, des actions conduites à l'Université de Berkeley pour intégrer, sur une même puce de silicium, capteurs, traitement du signal et actionneurs.

Ils constituent des convertisseurs de grandeurs physiques de tailles micrométriques.

Les microsystèmes se situent dans le prolongement de la microélectronique à laquelle ils empruntent le matériau (le silicium) et les technologies de base (photolithographie, oxydation, implantation, diffusion, dépôts de couches isolantes et métalliques).

Appelés MEMS (Micro Electro Mechanical Systems) aux Etats-Unis, Micromachines au Japon et MST (Microsystèmes Technologies) en Europe, le terme de *microsystème* est utilisé en France, à différencier de la *microtechnologie* qui définit l'ensemble des procédés à mettre en œuvre pour fabriquer un microsystème.

Les progrès récents dans la recherche sur les microsystèmes sont d'ailleurs souvent le fruit d'une forte interaction avec ceux observés dans les microtechnologies.

Celles-ci associent l'approche monolithique tout silicium, qui en est le fondement stratégique, avec les assemblages hybrides qui apportent des solutions immédiates et efficaces à l'intégration système. Cela permet d'associer plus aisément des technologies diverses en ne résolvant que les problèmes d'interconnexions électriques, fluidiques et optiques.

On peut citer l'exemple des nouveaux procédés de fabrication issus des techniques de micro-usinage de surface du silicium, micro-usinage de volume et dépôts de couches actives sensorielles [2].

Les microsystèmes s'interfacent avec de nombreuses méthodes et technologies développées dans d'autres disciplines dans une démarche d'intégration globale et hétérogène (*Fig.1.2*).

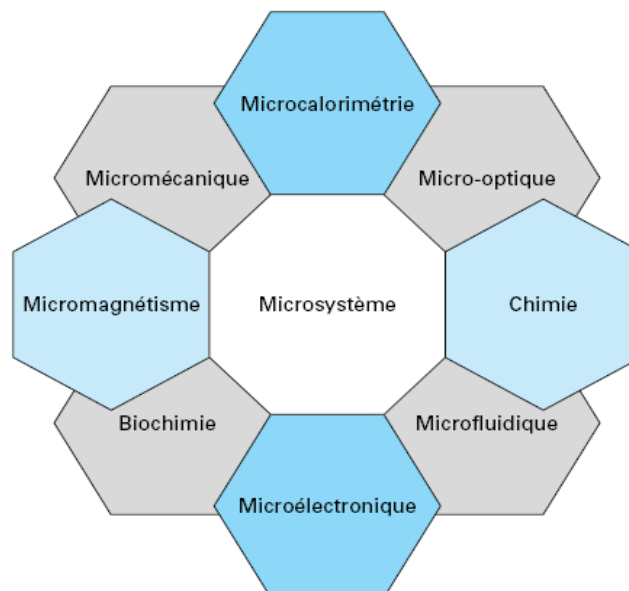


Figure 1.2 : Multidisciplinarité dans la conception et la réalisation des microsystèmes [2].

Les différents éléments mécaniques d'un microsystème sont mis en mouvement (actionnés) grâce aux forces générées par des transducteurs électromécaniques. Ceux-ci sont alimentés par des tensions produites avec des circuits électroniques avoisinants. Les transducteurs électromécaniques jouent alors le rôle d'interface entre les domaines mécanique et électrique.

Les transducteurs électrostatiques ou capacitifs y sont utilisés le plus souvent, bien que l'on puisse rencontrer des interfaces électromécaniques basées sur des phénomènes électro- magnétiques et thermomécaniques.

Ces différents mécanismes de transduction amènent des applications industrielles nombreuses et variées :

- les injecteurs pour imprimantes à jet d'encre [3]
- les micro-miroirs qui définissent les pixels de certains modèles de vidéoprojecteurs [4]
- la première projection cinéma numérique publique d'Europe (2000) réalisée par Philippe Binant reposait sur l'utilisation d'un *Optical MEMS* développé par TI [5]
- les accéléromètres destinés à des domaines divers tels que l'automobile ou plus récemment le jeu vidéo, comme la nouvelle manette à détection de mouvement de la console de jeu *Wii* de Nintendo ou le téléphone *Iphone* d'Apple [6]
- les vannes de contrôle microfluidiques [7]
- les micro-relais, le plus souvent à actionnement capacitif [8]
- les émetteurs/récepteurs acoustiques, comme les cMUTs (capacitifs) ou les pMUTs (piézoélectriques) [9]
- les capteurs de pression
- les filtres électromécaniques, qui isolent une fréquence du signal d'entrée en utilisant la résonance d'un système masse-ressort [10]

I-1-4 Présentation du groupe Microsystèmes et des axes de recherche

Le groupe Microsystèmes du laboratoire IMS mène des travaux allant de la conception d'un microsystème à son application en passant par la modélisation, la fabrication, la caractérisation des composants de base et le test de l'ensemble du microsystème. Pour cela des compétences pluridisciplinaires sont rassemblées : électroniciens, physiciens, chimistes, technologues. L'objectif majeur du groupe est d'étudier et de développer de nouveaux micro-composants pour des microsystèmes ayant des finalités industrielles, environnementales, biomédicales ou encore métrologiques.

I-1-4-1 Structuration

Le groupe Microsystèmes de l'IMS est constitué de 2 équipes :

. L'équipe '**MMM**', **Matériaux Microassemblés pour Microsystèmes**, qui focalise ses travaux sur l'étude et le développement de microcomposants utilisant soit des structures mobiles pour capteurs et actionneurs, fonctionnant tant en régime statique qu'en régime dynamique et réalisées à l'aide de technologies silicium ou alternatives au silicium comme les couches épaisses, soit des structures fixes dont la fonctionnalité (capteurs chimiques, microfours, microcanaux, etc.) est conférée par une structuration ad hoc, réalisée à l'aide des technologies précitées.

. L'équipe '**MDA**', **Microsystèmes à Détection Acoustique**, qui étudie la propagation des ondes élastiques et les phénomènes dynamiques d'interaction avec un milieu adjacent solide, liquide ou gazeux, en vue de la réalisation de microcapteurs sensibles et fiables, intégrés autour d'une électronique de conditionnement et de traitement. Ces travaux sont appliqués au développement de plateformes pour la détection rapide d'espèces chimiques ou biologiques, et la caractérisation de matériaux solides ou de fluides complexes en haute fréquence.

Le groupe Microsystèmes de l'IMS s'appuie fortement sur la plateforme technologique TAMIS *Technologies Alternatives aux Microsystèmes Silicium*, dont les compétences technologiques sont les suivantes :

- Microstructuration : polymères à empreintes moléculaires, couches minces et couches épaisses
- Microassemblage : microcâblage, report composants
- Caractérisations : électriques et mécaniques en atmosphère contrôlée

I-1-4-2 Collaborations :

Les activités du groupe conduisent à de fructueuses collaborations :

- Académiques nationales : Université Bordeaux 1 (ISM, TREFLE, ICMCB, CPMOH, LOF), Université Bordeaux 2, LAAS Toulouse, IEF Paris, IEM Montpellier, Université Pierre et Marie Curie (Paris 6 – Jussieu)
- Académiques internationales : Espagne (Université de Tarragone, Institut des Nanosciences en Aragon, Saragosse), Etats-Unis (Marquette University, Milwaukee), Suisse (ETH Zurich), Thaïlande (Prince of Songkla University, Songkla), Tunisie (Faculté de Médecine de Monastir, Monastir)
- Industrielles : AGUR, AlphaMOS, CEA Le Barp, Electricfil, Fondation EADS, NXP, PSA, Renault, Rhodia, ...

Axes de recherche sur les micropoutres

Au niveau international, les premiers travaux de recherche sur l'utilisation de micropoutres, en tant que capteurs chimiques, sont très récents (1994).

Le laboratoire IMS s'attache plus particulièrement à étudier les phénomènes physiques mis en jeu (pertes, viscoélasticité, effets de la sorption) afin d'avoir une vision plus éclairée des problématiques d'optimisation, tels le choix des matériaux, des dimensions, des rapports de formes et du positionnement d'une éventuelle couche sensible sur la micropoutre.

Les études récentes de micropoutres en détection gazeuse ou en caractérisation de fluides, ainsi que les développements envisagés en la matière sont détaillés dans les sections suivantes.

I-2 Description et principes d'une micropoutre en silicium

I-2-1- Historique et développement

L'étude et l'utilisation des poutres datent de la fin du 19^{ème} siècle. La structure « poutre » est présente dans la littérature depuis 1880 et a connu un essor à partir des années 1950.

Le terme *micropoutre* est apparu dans les années 1980 grâce à l'arrivée des technologies et procédés de la microélectronique liée à la miniaturisation des transistors et les techniques de structuration de substrat (gravure sèche et humide).

L'historique des micropoutres étant concomitant avec l'avènement des microsystèmes, la section de ce chapitre présente de manière très synthétique le contexte national et international du développement des microsystèmes et des micropoutres, ainsi que l'implication progressive de la France dans le domaine :

- 1951 : Techniques artisanales développées par K.W. Hillier permettant la fabrication de poutres longues de quelques centimètres, servant à mesurer le module d'Young de polymères par mesures basées sur la vitesse du son [11].
- 1959 : Discours de R.P. Feynman (Caltech, Prix Nobel de Physique 1965). « There is plenty of room at the bottom »[12]. Ce discours est une référence communément admise préfigurant la découverte d'un nouveau domaine de recherche à l'échelle microscopique.
- 1967 : Nathanson et al. Présentent un transistor à grille métallique résonante. Il s'agit d'un composant de taille millimétrique, mais le concept de couche sacrificielle permettant de libérer un film mince est exploité pour la première fois [13].
- 1982 : Petersen et al. (IBM Research Lab) écrivent un article intitulé « Silicon as a mechanical material », où le silicium, matériau de prédilection de l'industrie de masse de la micro-électronique, est présenté comme un bon candidat pour la fabrication de microstructures mécaniques [14].
- 1983 : Angell et al. Proposent un certain nombre de dispositifs fabriqués en silicium dans un papier intitulé « Silicon micromechanical devices » [15].
- 1986 : Invention du microscope à force atomique (AFM) par Quate, Gerber et Binnig. Son principe repose sur l'exploration, sans contact, d'une surface par l'intermédiaire d'une poutre élastique, couramment appelée microlevier ou micropoutre [16]. Les dimensions typiques de ces poutres sont de quelques centaines de micromètre de longueur, quelques dizaines de micromètres de largeur et quelques micromètres d'épaisseur. Les matériaux les plus utilisés sont ceux rencontrés dans les procédés microélectronique, à savoir le silicium, ses oxydes, ses nitrures et ses oxynitrures.
- 1988 : Création du premier moteur électrostatique miniaturisé par R.S Muller (Berkeley Sensors and Actuators Center, USA) [17].
- 1985-1990 : Les pays européens débutent leurs recherches dans le domaine des microsystèmes (Suisse, Pays-Bas, Suède, France).
- Début 1990 : Premières réalisations de microsystèmes en France [18].
- 1992 : Structuration du domaine de recherche « Microsystèmes » en France avec la création de pôles autour des laboratoires CNRS ou du CEA (Le LAAS CNRS à Toulouse, le LETI-CEA à Grenoble, l'IMFC à Besançon et l'IEMN à Villeneuve d'Ascq). Premier « Programme

Microsystèmes », initié par le département SPI du CNRS. Activités de recherche sur les microsystèmes dans de grandes entreprises françaises.

- 1993 : La société Analog Devices annonce la mise sur le marché d'un accéléromètre totalement intégré sur 10mm^2 de silicium pour la détection de choc automobile [19].

- 1994 : Deux équipes, l'une du Oak Ridge National Laboratory (USA) et l'autre de IBM Zurich (Suisse), montrent la faisabilité de détourner une micropoutre d'un AFM de façon à réaliser un capteur physique ou chimique [20] et [21].

- 1995 : Création du Laboratory for Integrated Micro Mechatronics Systems (LIMMS), laboratoire conjoint entre le département SPI du CNRS et l'Institut des Sciences Industrielles (IIS) de l'Université de Tokyo qui doit permettre d'acquérir des connaissances dans le domaine des microsystèmes, puis de transférer les connaissances acquises dans la recherche publique et privée française.

- 1995-2000 : Poursuite de la structuration de ce domaine de recherche en France avec l'élargissement des pôles existants. Le pôle Rhône Alpes (le LEOM à l'École Centrale de Lyon, le LETI, le LEG à Grenoble) ; le pôle Sud-Ouest (le LAAS, le LIRMM à Montpellier, l'IXL à Bordeaux) ; le pôle francilien (l'Institut d'Electronique Fondamentale à Orsay, l'ENS Cachan, l'ESPCI, le LPN et l'ESIEE). En 1998, ces pôles de recherche permettent des avancées importantes dans la technologie des micromoteurs électrostatiques, grâce à la technique de micro-usinage de surface.

- 2003 : Lancement du programme « Recherche Technologique de Base » (RTB) – Programme du ministère de la Recherche et des Nouvelles Technologies associant le CEA et le CNRS [22].

I-2-2- Présentation et fonctionnement des micropoutres

I-2-2-1 Géométries

La structure de base d'une micropoutre en silicium est constituée d'un parallélépipède en silicium (module d'Young $E_I = 170 \text{ Gpa}$ et masse volumique $\rho_I = 2330 \text{ kg.m}^{-3}$), de longueur L_I , de largeur b_I et d'épaisseur h_I , encasté à une extrémité et libre à l'autre extrémité.

L'extrémité encastée peut être désignée comme étant « la base », et l'extrémité libre, « le bout » de la poutre. Les géométries de micropoutres sont nombreuses et varient selon l'application visée et l'imagination du technologue.

Les figures suivantes montrent quelques variantes de géométrie de micropoutres rencontrées :

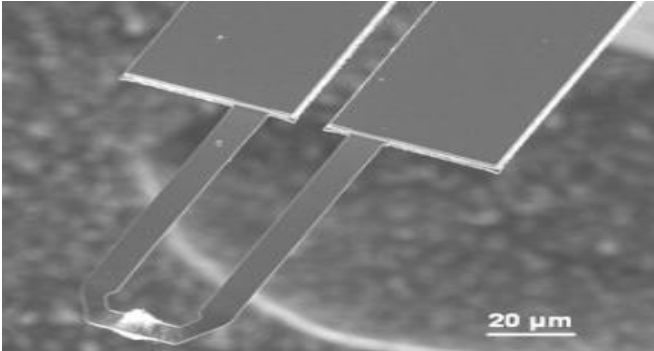


Figure 1.3 : Micropoutre d'un microscope à force atomique [23].

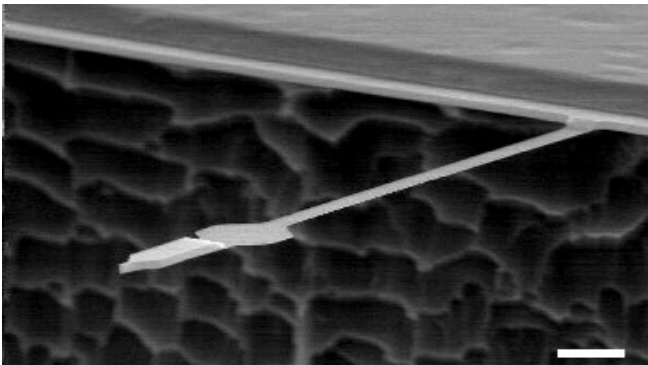


Figure 1.4 : Micropoutre ultra-fine en silicium, de la forme d'un plongeur miniature [23]. Longueur : $85\mu\text{m}$, Epaisseur : 100nm . La barre d'échelle représente $10\mu\text{m}$.

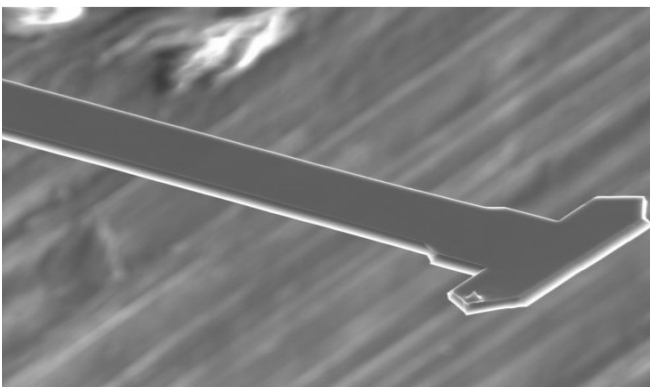


Figure 1.5 : Micropoutre en silicium – Forme en T [23].

I-2-2-2 Réalisation des micropoutres

Les techniques les plus couramment utilisées pour réaliser des micropoutres (et microsystèmes en général) sont le micro-usinage de volume et le micro-usinage de surface. Ce sont les seules qui seront abordées ici.

Le **micro-usinage en volume** (*bulk micromachining*) est une technique qui permet l'obtention des microstructures suspendues par gravure du substrat. Le terme de volume est utilisé ici puisque la gravure forme une cavité dans le volume du substrat sous les couches déposées.

Le **micro-usinage en surface** (*surface micromachining*) est basé sur l'emploi de couches sacrificiées. Ces couches sont gravées entièrement en fin de fabrication par une étape de gravure sélective. Pendant la fabrication, les couches déposées sont une succession de couches sacrificiées (dioxyde de silicium ou résine, par exemple) et de couches structurales (comme le polysilicium ou un métal) que l'on grave au fur et à mesure de l'empilement.

Les couches sacrificiées (ou *sacrificielles*) permettent la libération des parties mobiles, donc partiellement détachées du substrat. L'exemple le plus utilisé est celui qui consiste à sacrifier des couches d'oxyde de silicium pour réaliser des couches de silicium polycristallin suspendues, comme le montre le procédé de la figure 1.6.

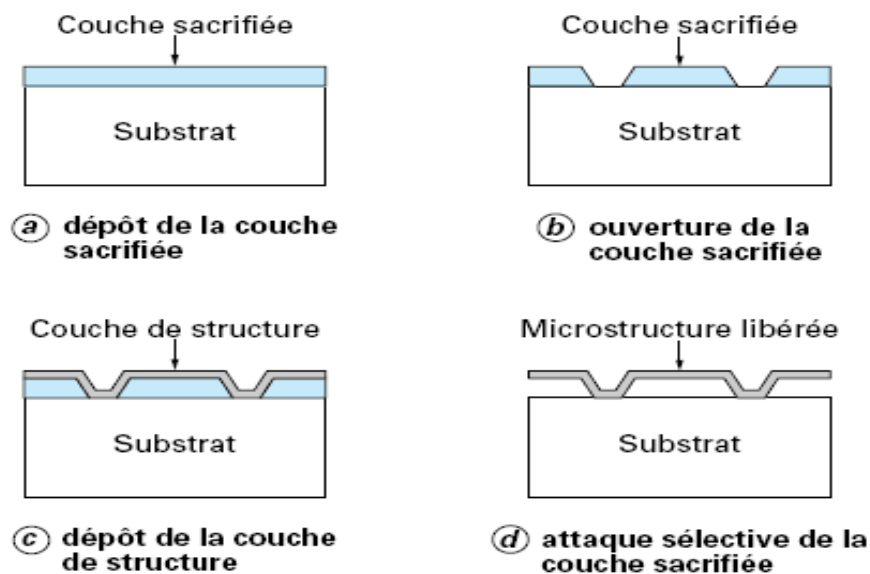


Figure 1.6 : Micro-usinage de surface, basé sur les propriétés d'attaque sélective des matériaux. La couche sacrificiée est de la silice ; la couche suspendue ou libérée est du silicium polycristallin [2].

Les premières réalisations des micropoutres en silicium, disponibles au laboratoire IMS, ont été fabriquées à l'Ecole Supérieure d'Ingénieurs en Electronique et Electrotechnique (*ESIEE*).

Les substrats utilisés pour les micropoutres se présentent, comme pour ceux utilisés en microélectronique, sous forme de *wafers*, qui sont des tranches très fines de silicium monocristallin dont les dimensions répondent à des normes internationales.

La taille des *wafers* sur lesquels ont été réalisés les microsystèmes est actuellement de 4 pouces et sont généralement plus faible qu'en microélectronique.

Les micropoutres sont alors produites par une succession d'étapes de photolithographie, suivie de dopage, gravure et dépôts [24].

Les dimensions des micropoutres sont très variables et dépendent de la précision de fabrication du laboratoire de conception (*ESIEE*), et des applications souhaitées. Dans le cadre des micropoutres disponibles au laboratoire IMS, des calculs ont été réalisés pour dimensionner les poutres de façon à ce que l'actionnement électromagnétique souhaité permette d'obtenir des déflexions mesurables avec un profilomètre disponible au laboratoire (de l'ordre de quelques microns). L'épaisseur des plaquettes de silicium étant de l'ordre de 500 μm d'épaisseur, aucune micropoutre du laboratoire ne dépasse cette valeur d'épaisseur.

Une fois le wafer à disposition, les puces comprenant chacune 2 ou 4 micropoutres peuvent être extraites. Ces puces sont alors nettoyées à l'acétone, l'alcool et l'eau désionisée pour enlever la résine restante. Chaque puce est alors collée sur un PCB approprié (*Printed Circuit Board*) permettant de relier les bornes des puces à différentes pistes conductrices (*Fig.1.7*).

Les PCB utilisés dans cette étude sont composés de résine époxyde (FR4) avec une finition en or et un câblage de type *ball bonding*, facilitant les connexions électriques vers le système de mesure.

Il est ensuite fixé sur un support qui sera la base de la cellule de mesure.

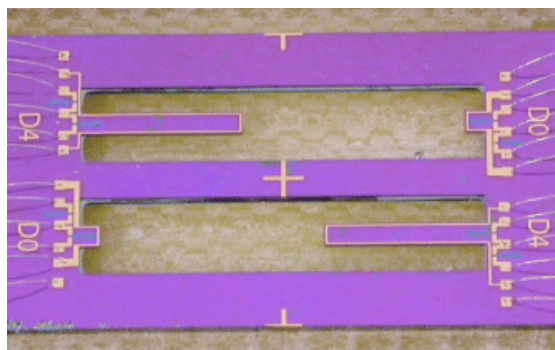


Figure 1.7 : Type de micropoutre utilisée à l'IMS.

La puce comporte deux poutres identiques deux à deux. Ici, les poutres ont les mêmes largeurs et épaisseurs respectivement égales à 600 μm et 18 μm . Les longueurs sont de 500 μm et 4mm [25].

Les poutres ainsi disposées autorisent la mesure sur deux poutres de même géométrie de façon à faire des mesures différentielles, et sont relativement éloignées afin de limiter le plus possible les couplages mécaniques. Au final, sur une puce d'environ 1,7 cm^2 on place donc deux géométries.

I-2-2-3 Principes de transduction

Il existe deux grands principes de transduction dans les capteurs à micropoutres :

- la mesure en statique de la déformation induite par des contraintes
- et la mesure des modifications de propriétés liées aux résonances mécaniques

La mesure de la déformation induite par des contraintes en surface est souvent utilisée, mais n'est généralement adaptée qu'à des micropoutres de très faible épaisseur ou composées d'un matériau relativement souple. En effet, les contraintes apparaissant en surface vont plus facilement déformer la micropoutre lorsqu'un matériau souple est utilisé ou lorsque l'épaisseur est faible.

A l'opposé, les micropoutres basées sur des matériaux rigides comme le silicium sont moins déformées par les contraintes. Il est donc souvent plus judicieux de préférer mesurer les variations de fréquence de résonance dans le cas de matériaux rigides.

Deux modes de fonctionnement peuvent être utilisés :

- **variation de la fréquence de résonance**, due essentiellement à la modification de la masse du système (régime dynamique) ;

– **variation de la courbure**, due à la modification des contraintes surfaciques à l'interface micropoutre/ couche sensible (régime statique).

Ici, seul le régime dynamique est présenté.

I-2-2-4 Type de vibration

Les micropoutres peuvent vibrer de différentes façons. Si on considère un plan formé par la face supérieure de la poutre, on distingue alors les vibrations hors plan, dans le plan ou en torsion. La figure 1.8 présente les principaux types de vibrations possibles pour les structures de type rectangulaire.

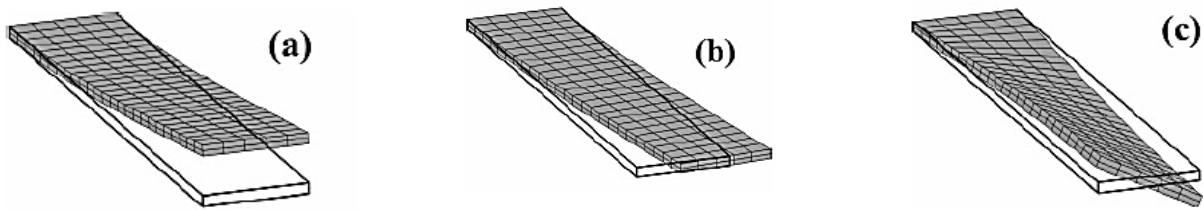


Figure 1.8 : Vibrations a) hors plan b) dans le plan c) en torsion pour les poutres rectangulaires [26].

La suite de ce mémoire s'intéressera uniquement au mode de vibration en flexion hors plan. Il est en effet le plus répandu pour des raisons de grande simplicité de mise en œuvre et de mesure.

I-2-2-5 Détections avec ou sans couche sensible

Classiquement, pour convertir les micropoutres en capteur chimique, il faut déposer à la surface de celles-ci une couche sensible dont le rôle est de capter de façon sélective l'espèce chimique que l'on souhaite détecter. Cette couche est généralement constituée de polymères ou de matériaux inorganiques poreux, choisis en fonction des leurs affinités avec les gaz à détecter. Elle voit sa masse augmenter en présence des gaz par des phénomènes d'absorption. Cette variation de masse induite entraîne donc une variation de la fréquence de résonance de la structure.

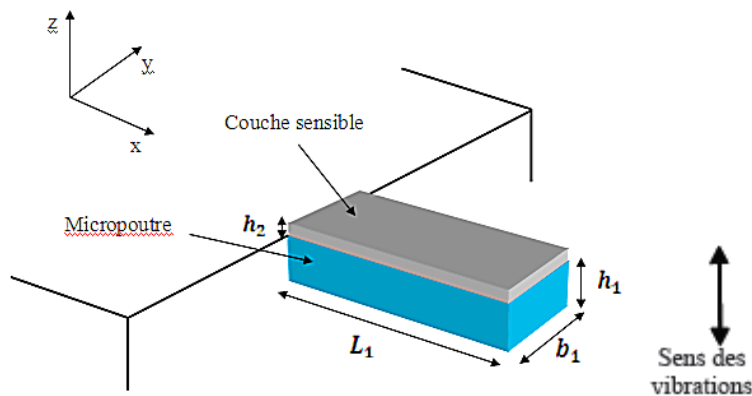


Figure 1.9 : Géométrie d'une micropoutre rectangulaire (module d'Young $E1$, longueur $L1$, largeur $b1$ et épaisseur $h1$) avec sa couche sensible, de module d'Young $E2$, d'épaisseur $h2$ et de masse volumique $\rho2$, recouvrant la surface supérieure de la micropoutre.

De nombreux travaux au laboratoire portent sur l'étude de micropoutres avec couche sensible. On peut citer deux études récentes portant sur :

- L'observation de la réponse fréquentielle d'une micropoutre au fur et à mesure du dépôt d'une couche de polymère, grâce à une méthode de vaporisation d'une solution très fluide avec une concentration de polymère de l'ordre de quelques pour-cents. Il est ainsi possible de réaliser l'observation du pic de résonance au cours du dépôt afin de voir l'influence sur la fréquence de résonance et sur le facteur de qualité de l'épaisseur de couche déposée [27].

- L'étude d'une couche sensible à base de zeolithes :

Les zeolithes sont des minéraux microporeux cristallins, faits d'atomes de silicium, d'aluminium et d'oxygène. Ces matériaux peuvent servir de couches sensibles pour détecter différentes vapeurs, comme les vapeurs de toluène ou d'éthanol. La caractérisation de ces systèmes va permettre d'évaluer le gain éventuel en sensibilité et en sélectivité par rapport à d'autres types de couches sensibles comme les polymères par exemple [28].

Dans le projet de détection d'environnement gazeux qui nous intéresse, à savoir plus particulièrement la détection d'hydrogène dans un stockage souterrain contenant des éléments radioactifs, la micropoutre doit idéalement pouvoir fonctionner de façon fiable durant plusieurs dizaines d'années (voir chapitre IV).

Cette condition rend difficile l'utilisation d'une micropoutre avec couche sensible, qui constitue un facteur limitant à la fiabilité du capteur. La fréquence de résonance d'une micropoutre sans couche sensible dépend principalement de la masse volumique du gaz et peut donc être utilisée en capteur de gaz si les gaz à détecter ont des masses volumiques suffisamment différentes du gaz vecteur⁽¹⁾. De plus, les problèmes de vieillissement, dérive dans le temps, reproductibilité, cyclage, souvent inhérents à la présence de couches sensibles dans les capteurs «chimiques», devraient s'avérer en grande partie inexistantes.

On constate ainsi qu'une micropoutre sans couche sensible s'apparente davantage à la catégorie des capteurs « physiques », comme les capteurs de pression, de température, d'accélération etc. qu'à celle des capteurs « chimiques » traditionnels.

Son utilisation permet alors de sonder les propriétés physiques de l'environnement qui l'entoure, notamment la détection de variations de masse volumique et de viscosité.

La suite de ce mémoire traite ainsi des détections gazeuses et des caractérisations de fluides effectuées avec des micropoutres sans couche sensible.

I-2-3 Modélisation sans pertes et équation différentielle du mouvement

La modélisation classique des micropoutres est basée sur la modélisation des « consoles » en mécanique. Le terme *console* vient de la mécanique classique et représente un type de structure mécanique particulier correspondant à un parallélépipède encastré rigidement dans un support (ou encastrement) par une seule face.

Du fait des rapports de forme généralement considérés (épaisseur et largeur très petites devant la longueur), la modélisation des micropoutres peut être faite grâce à un modèle 1-dimension dans lequel les seules contraintes considérées sont celles ayant lieu le long de la poutre.

Ce modèle à une dimension repose sur une hypothèse de faibles oscillations de façon à supposer que le mouvement ne se fait que dans le sens de la flexion, ce qui implique que l'abscisse x du bout de poutre ne change pas. Cette condition permet ainsi de travailler avec des équations linéaires ne dépendant pas de l'amplitude des oscillations.

(1) : Définition d'un gaz vecteur : voir section II-1-1-1

L'équation différentielle du mouvement, pour une modélisation en 1-dimension, avec l'hypothèse d'une section constante le long d'une micropoutre homogène, est exprimée par :

$$E_1 I \frac{\partial^4}{\partial x^4} w(x, t) + \mu \frac{\partial^2}{\partial t^2} w(x, t) = 0 \quad (\text{Eq.1.1})$$

où $w(x, t)$ est la déflexion au point x selon l'axe z à l'instant t , μ est la masse par unité de longueur de la micropoutre, I est le moment quadratique de la section d'abscisse x par rapport à l'axe z et E_1 le module d'Young du matériau constituant la micropoutre.

Afin de connaître la déformée de la poutre aux fréquences de résonance, on raisonne dans le domaine fréquentiel plutôt que dans le domaine temporel.

En prenant la transformée de Fourier de l'équation 1.1, on obtient :

$$E_1 I \frac{\partial^4}{\partial x^4} W(x, \omega) - \omega^2 \mu W(x, \omega) = 0 \quad (\text{Eq.1.2})$$

où $W(x, \omega)$ est la transformée de Fourier de $w(x, t)$ et ω est la pulsation.

La résolution de l'équation différentielle du mouvement est ainsi simplifiée, passant d'une équation différentielle à deux variables à une nouvelle équation différentielle à une variable.

I-2-4 Expression de la fréquence de résonance d'une micropoutre

L'équation 1.2 a pour solution générale :

$$W(x, \omega) = A \sin \lambda_n x + B \cos \lambda_n x + C \sinh \lambda_n x + D \cosh \lambda_n x \quad (\text{Eq.1.3})$$

où A , B , C et D sont des constantes d'intégration à déterminer grâce aux conditions aux limites et avec :

$$\lambda_n = \left(\frac{\omega^2 \mu}{E_1 I} \right)^{1/4} L_1 \quad (\text{Eq.1.4})$$

Les conditions aux limites d'une poutre type « console », sont les suivantes :

- Pas de déplacement, ni de pente à l'encastrement :

$$W(0, \omega) = 0 \quad \text{et} \quad \left[\frac{\partial}{\partial x} W(x, \omega) \right]_{x=0} = 0 \quad (\text{Eq.1.5})$$

- Pas de moment fléchissant, ni de contrainte de cisaillement à l'extrémité libre :

$$\left[\frac{\partial^2}{\partial x^2} W(x, \omega) \right]_{x=L_1} = 0 \quad \text{et} \quad \left[\frac{\partial^3}{\partial x^3} W(x, \omega) \right]_{x=L_1} = 0 \quad (\text{Eq.1.6})$$

La condition de résonance, qui dicte les valeurs possibles de λ_n est donc exprimée avec ces conditions aux limites via l'équation transcendante :

$$1 + \cos \lambda_n \cosh \lambda_n = 0 \quad (\text{Eq.1.7})$$

La résolution numérique de l'équation 1.7 permet d'exprimer λ_n . Les valeurs ainsi obtenues sont présentées dans le tableau 1.1.

n	1	2	3	4	5	6
λ_n	1,875104	4,694091	7,854757	10,99554	14,99257	17,27826

Tableau 1.1 : Valeurs de λ_n pour les premiers modes de flexion hors plan.

λ_n représente un coefficient relatif au mode de résonance et influe sur l'allure de la forme de la poutre, appelée *déformée* (Fig.1.10)

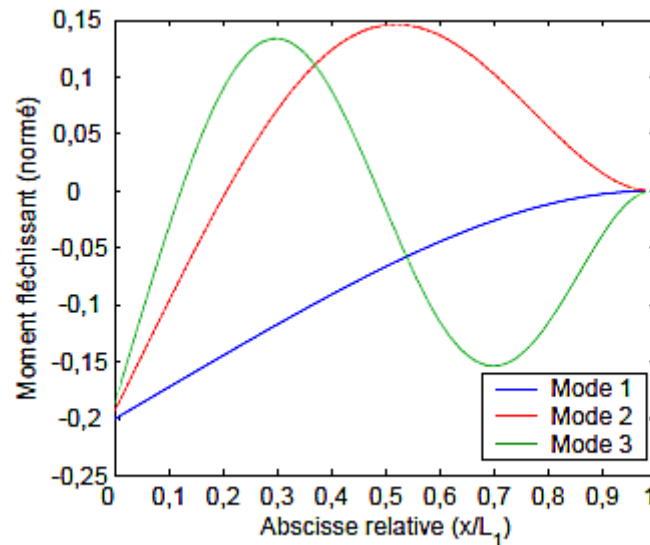


Figure 1.10 : Déformée d'une micropoutre pour les 3 premiers modes de résonances, en l'absence de pertes [27].

En utilisant l'équation (1.4), on peut exprimer la pulsation de résonance :

$$\omega_n = \left(\frac{\lambda_n}{L_1} \right)^2 \sqrt{\frac{E_1 I}{\mu}} \quad (\text{Eq.1.8})$$

En considérant le cas d'une micropoutre de section rectangulaire, on peut exprimer le moment quadratique I en fonction des dimensions :

$$I = \frac{b_1 h_1^3}{12} \quad (\text{Eq.1.9})$$

ainsi que la masse par unité de longueur μ d'une micropoutre sans couche sensible :

$$\mu = \rho_1 b_1 h_1 \quad (\text{Eq.1.10})$$

où ρ_1 est la masse volumique du matériau de la micropoutre, en kg/m^3 .

En combinant les équations (1.8), (1.9) et (1.10), on peut exprimer la fréquence de résonance dans le vide d'une micropoutre sans couche sensible, de section rectangulaire et homogène :

$$f_{0,\text{vide}} = \frac{\lambda_0^2 h_1}{2\pi L_1^2} \sqrt{\frac{E_1}{12\rho_1}} \quad (\text{Eq.1.11})$$

I-2-5 Types d'actionnement et types de mesures de la fréquence de résonance

Nous allons voir dans cette section comment il est possible de mesurer cette fréquence de résonance et d'en suivre l'évolution en temps réel.

Pour cela, la structure doit être mise en vibrations et celles-ci doivent être détectées avec une instrumentation appropriée.

I-2-5-1 Mise en vibration

De nombreuses méthodes existent pour mettre en vibration une micropoutre. Pour ne parler que des plus courantes, on peut citer :

- l'**excitation électromagnétique**, où une force de Laplace s'exerce sur une micropoutre plongée dans un champ magnétique à la surface de laquelle est déposée une piste parcourue par un courant électrique [29],
- l'**excitation thermoélectrique**, où des contraintes mécaniques, contrôlées électriquement et induites par un échauffement localisé, provoquent une déformation à l'image de l'effet bilame [30],
- l'**excitation par couche piézoélectrique**, où un effet bilame est généré *via* une couche piézoélectrique déposée en surface de la micropoutre [31],
- l'**excitation par céramique piézoélectrique**, où l'application d'une tension électrique, aux bornes d'une céramique piézoélectrique solidaire du support, provoque un déplacement du support de la micropoutre induisant ainsi une déformation de la micropoutre de par son inertie [32],
- l'**excitation électrostatique**, où l'application d'une forte tension électrique, entre deux électrodes placées en vis-à-vis (l'une sur une face de la micropoutre et l'autre sur une partie fixe du support), génère la déformation de la micropoutre [33].

Une comparaison sommaire de ces méthodes d'excitation montre que :

- les matériaux piézoélectriques ne sont pas les plus simples à déposer.
- l'excitation électromagnétique nécessite un élément externe pour générer le champ magnétique mais il est aisé de déposer la piste métallique.
- l'excitation thermoélectrique nécessite souvent un élément de mesure externe de haute précision.
- l'électrostatique atteint ses limites dans la miniaturisation car la sensibilité d'un tel système dépend de la surface des électrodes en regard.

L'excitation électromagnétique sera utilisée au laboratoire, afin d'aboutir à un système intégré compatible avec les applications visées (encombrement très réduit). Son principe est développé dans la section suivante.

I-2-5-2 L'excitation électromagnétique

L'actionnement électromagnétique consiste à faire circuler un courant électrique dans une piste conductrice placée en bout de poutre. La présence d'un champ magnétique va ainsi entraîner l'apparition d'une force de Laplace localisée en bout de poutre.

Le champ électromagnétique est généré par un demi-tore magnétique. La distance aimant-poutre étant faible et les dimensions des poutres micrométriques, le champ électromagnétique est considéré constant et uniforme localement. La force exercée dépend de la largeur de la poutre. D'après les géométries utilisées, cette dernière est de l'ordre de $10^{-7}N$ (Fig. 1.11).

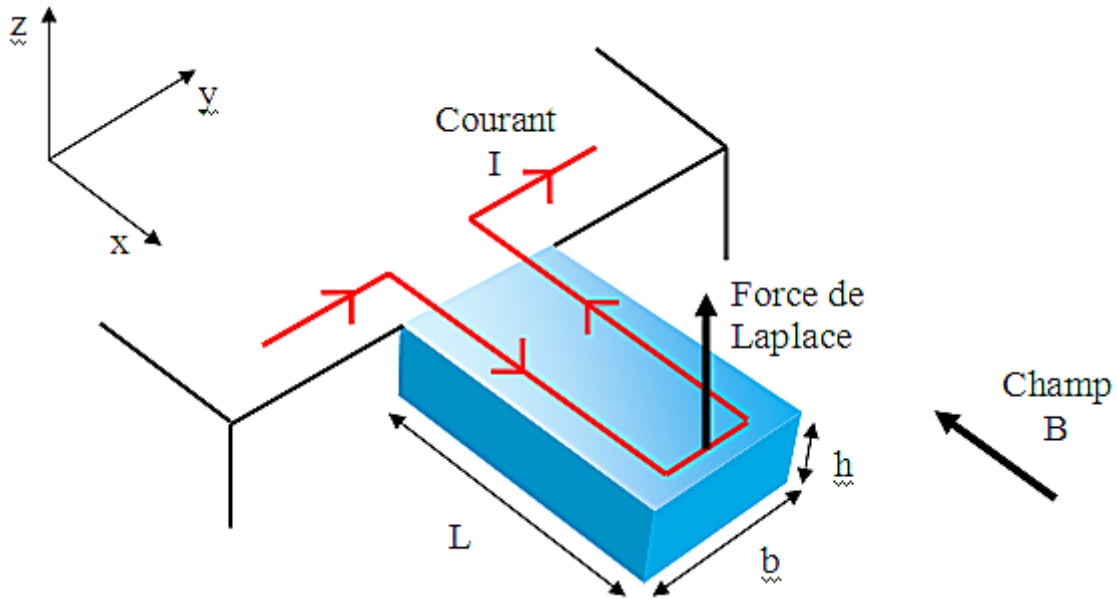


Figure 1.11 : Micropoutre sans couche sensible actionnée par une force de Laplace à son extrémité libre.

La force de Laplace s'exprime alors :

$$\vec{F} = \vec{I}c \wedge \vec{B} \quad (Eq.1.12)$$

où \vec{F} est la force appliquée en bout de poutre, $\vec{I}c$ l'intensité parcourant la piste métallique, b la largeur de la poutre et \vec{B} le champ magnétique.

Les micropoutres sans couche sensible étant dorénavant le type de structure étudié, les expressions des dimensions et propriétés des matériaux utilisés sont mentionnées sans indice.

Le déplacement en bout de poutre est défini par :

$$w_{\max} = \frac{FL^3}{3EI} \quad (Eq.1.13)$$

où w_{\max} est la déflexion en bout de poutre selon l'axe z (en m), I le moment d'inertie de la structure (en m^4), L la longueur de la poutre (en m), F la force de Laplace (en N) et E le module d'Young (en Pa).

I-2-5-3 Détection des vibrations

Parmi les méthodes de détection des vibrations les plus utilisées, on peut citer :

- la **mesure optique externe**, où un faisceau laser réfléchi à la surface de la micropoutre permet de mesurer l'effet Doppler dû à la vibration entre le signal émis et le signal réfléchi. De cette interférométrie entre les deux signaux, la fréquence et la phase de la vibration pourront en être déduite [34],
- la **mesure capacitive**, où l'on vient mesurer la capacité formée par une face de la micropoutre et une électrode en vis-à-vis (le mouvement modifie la distance inter-électrodes et donc la capacité) [35],
- la **mesure piézorésistive**, où l'on vient mesurer les variations d'une piézorésistance placée à un endroit où les contraintes varient fortement (à l'image d'une jauge de contrainte) [36]. Cette méthode sera appliquée pour la détection d'espèces gazeuses avec un analyseur gain/phase (chapitre IV).
- la **mesure par couche piézoélectrique déposée** à la surface de la micropoutre, où les contraintes, générées par le mouvement, sont traduites en une tension électrique par l'effet piézoélectrique direct [37].

I-2-5-3 Mesure en temps réel de la fréquence de résonance

La mesure de la fréquence de résonance consiste à trouver pour quelle fréquence une excitation donnée produit le plus grand mouvement.

Afin d'y parvenir, deux grands principes de mesure de la fréquence de résonance existent : le balayage en fréquence et la réalisation d'un oscillateur ayant comme base la micropoutre.

Le principe du **balayage en fréquence** consiste à parcourir un domaine de fréquence sur lequel on excite la micropoutre, et de mesurer une grandeur représentative du mouvement. L'étude du rapport, entre le signal image du mouvement et le signal d'excitation, ainsi que le déphasage entre ces deux signaux, permet de déterminer la fréquence de résonance. L'avantage principal de cette méthode est qu'il est possible de mesurer le facteur de qualité de la micropoutre, valeur image des pertes et impactant sur la précision de la mesure et la limite de détection.

Son inconvénient principal est la lenteur de la mesure, car il faut faire des mesures à un grand nombre de fréquences avec une précision importante pour déterminer exactement la fréquence de résonance.

Toutefois, il existe une **variante du balayage en fréquence** qui consiste à utiliser le mouvement naturel de l'air autour de la micropoutre. En effet, le mouvement de l'air, assimilé à un mouvement aléatoire de type Brownien, excite la micropoutre simultanément à toutes les fréquences. Ainsi, en analysant le bruit du signal de mesure, il est possible de déterminer la fréquence de résonance. En revanche, du fait de la faible efficacité d'excitation de la micropoutre par l'air, les mouvements à observer sont très faibles et imposent ainsi le choix d'une méthode de mesure extrêmement précise. L'utilisation d'une méthode optique devient la seule approche réaliste, rendant ainsi la miniaturisation délicate.

Le principe de la **mesure via un oscillateur à micropoutre** consiste à prélever le signal de sortie en provenance de la micropoutre, image du mouvement, et à l'amplifier de façon à le réinjecter à l'entrée de la micropoutre pour générer le mouvement [25]. On réalise donc une boucle (*Fig. I.12*), dans laquelle sont placés un amplificateur et une micropoutre, utilisée comme un résonateur. Le

signal électrique ainsi obtenu en sortie de l'amplificateur a pour fréquence la fréquence de résonance de la micropoutre.

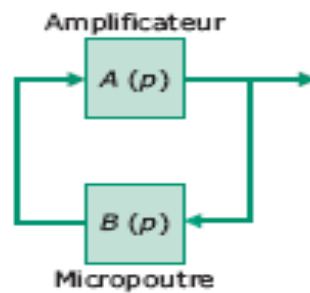


Figure 1.12 : Synoptique d'un oscillateur à base de micropoutre [25].

Le principal inconvénient de ce principe de mesure réside dans la réalisation d'un oscillateur pour chaque micropoutre testée. Le balayage en fréquence est la méthode qui sera donc utilisée pour la mesure en temps réel de la fréquence de résonance. Nous verrons alors, dans le chapitre IV de ce mémoire, comment s'affranchir d'un trop grand nombre de mesures à différentes fréquences, en analysant seulement quelques points du spectre autour de la résonance.

I-2-5-4 Spectre caractéristique

En excitant la poutre sur une plage de fréquence donnée, et en recueillant le signal de mesure, il est possible de caractériser sa fonction de transfert qui est le rapport entre le signal recueilli et le signal d'excitation (*Fig.1.13*).

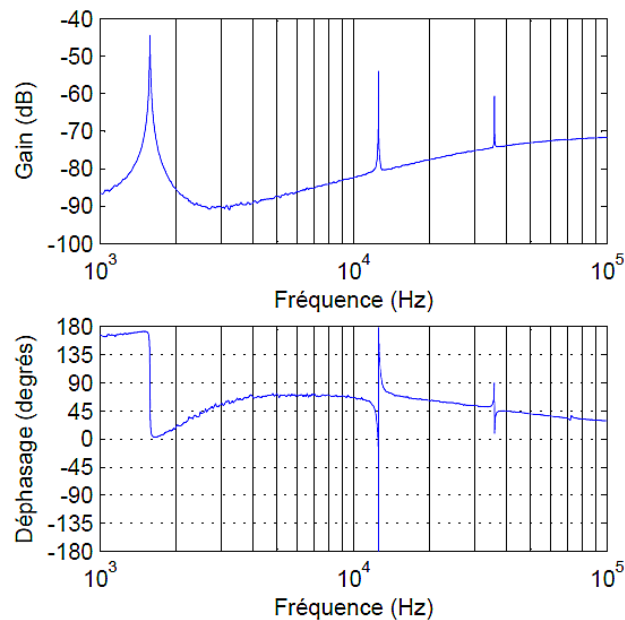


Figure 1.13 : Relevé de spectre en gain et en phase centré sur les trois premiers modes d'une micropoutre de 4mm de longueur, 1mm de largeur et 23 μ m d'épaisseur [27].

La fonction de transfert définit alors le comportement vibratoire de la poutre selon la fréquence du signal appliqué. Elle permet de faire apparaître les fréquences de résonance des micropoutres, fréquences pour lesquelles l'amplitude du mouvement de la poutre atteint des maxima. L'étude des

fréquences de résonance d'une poutre et de leurs variations au cours du temps permet ainsi d'appréhender les variations de grandeurs physiques de l'environnement de la poutre.

Au laboratoire, le relevé des spectres de fréquence est effectué à l'aide d'un analyseur gain-phase, de référence *HP 4194*, dont le principe de fonctionnement et l'instrumentation associée sont expliqués au chapitre *IV-3-1-1* de ce mémoire.

I-2-6 Facteur de qualité

Le facteur de qualité (noté Q) d'un système est la mesure du taux d'amortissement d'un oscillateur, soit le rapport entre l'énergie totale que possède le système et l'ensemble des pertes subies au cours d'un cycle du mouvement. Il permet notamment de déterminer complètement la nature du régime transitoire du système. Le bruit de mesure de fréquence de résonance est d'autant plus faible que le facteur de qualité, associé au phénomène de résonance, est élevé.

Il est donc intéressant de s'interroger sur l'optimisation du facteur de qualité et la détermination de l'influence des pertes des micropoutres.

Lorsque les micropoutres sont utilisées en tant que capteur chimique, l'essentiel des pertes qui lui sont liées provient de quatre phénomènes (classés par ordre d'importance) :

- les pertes visqueuses dues à la viscosité du fluide environnant (l'air le plus souvent pour la détection de gaz),
- les pertes à l'encastrement dues au défaut de rigidité du support entraînant ainsi la propagation d'une onde mécanique dans le support,
- les pertes acoustiques dues à la propagation d'une onde acoustique dans le fluide environnant,
- et dans une moindre mesure les pertes internes dues à des effets thermiques ayant lieu dans le matériau constituant les micropoutres.

L'étude de l'influence de ces différentes pertes a été réalisée au laboratoire [27], et les observations et résultats montrent qu'il n'y a, a priori, pas de géométrie idéale pour minimiser toutes les pertes en même temps.

En revanche, à matériau et à fluide donné, en déterminant le facteur de qualité pour une longueur de poutre donnée, il existe bien une largeur et une épaisseur optimale de micropoutre en terme de facteur de qualité (*Fig. I.14*).

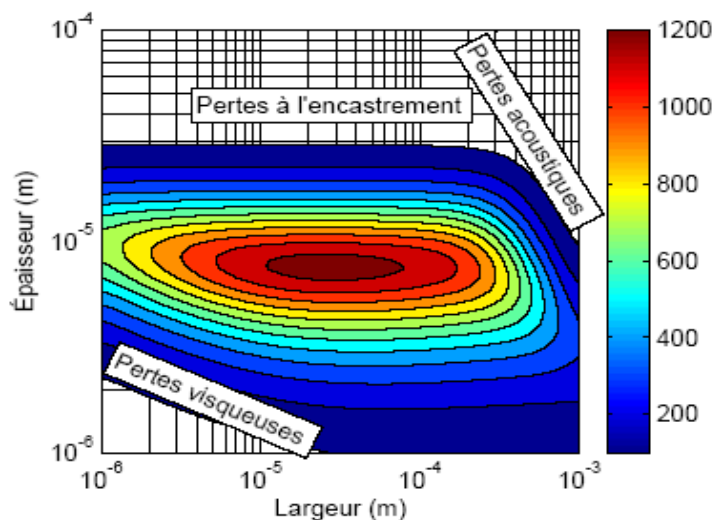


Figure I.14 : Facteur de qualité (iso-valeurs) à $L = 100\mu\text{m}$ en fonction de la largeur b et de l'épaisseur h d'une micropoutre de longueur $100\mu\text{m}$ [27].

On peut ainsi constater les zones dans lesquelles certaines pertes dominant et remarquer ainsi que pour des rapports de forme classiques ($L / h > 100$ et $L / b > 10$), la perte dominante est liée à la viscosité du fluide (dans ce cas, l'air).

Le facteur de qualité est généralement déterminé en analysant la courbe de la réponse fréquentielle autour de la résonance. Q peut être alors défini comme le rapport de la fréquence de résonance f_r à la largeur de la bande passante de la résonance du système (à mi hauteur en énergie du pic de résonance, soit à -3dB) :

$$Q = \frac{f_r}{\Delta f_{3dB}} \quad (Eq.1.14)$$

I-2-7 Performances en détection et exemples de réalisations

Avant de développer un exemple de réalisation de détection gazeuse avec une micropoutre en silicium, il est nécessaire d'introduire les notions importantes relatives à la performance en détection d'un microcapteur chimique.

La performance de détection est très souvent explicitée par ce que l'on appelle communément la règle des « 3S », à savoir : Sensibilité, Sélectivité et Stabilité.

- La sensibilité d'un capteur est définie comme le rapport entre la variation de la grandeur de sortie pour une variation de la grandeur d'entrée. Dans le cas des capteurs considérés, on définit donc la sensibilité à une concentration de gaz C_g par :

$$S_{C_g} = \left| \frac{df_r}{dC_g} \right| \quad (Eq.1.15)$$

- La stabilité conditionne tout le traitement de l'information possible en aval du capteur, qui sera difficilement exploitable si le signal dérive dans le temps. Or, c'est souvent le cas, en particulier avec les capteurs de type « chimique ».

- Le manque de sélectivité constitue la grande limite actuelle des microcapteurs développés industriellement. En effet, les principes physico-chimiques utilisés dans la majorité des microcapteurs ne permettent qu'une sélectivité partielle : on pourra détecter un gaz de façon préférentielle par rapport à un autre (ou une autre famille de gaz), mais ce(s) dernier(s) présentera(ont) toujours une réponse plus ou moins importante.

Ces différentes performances sont souvent interdépendantes, et il sera préférable dans certains cas de choisir des points de fonctionnement conduisant à une baisse de sensibilité pour un gain en stabilité et surtout en sélectivité.

- La limite de détection (LOD) d'un capteur chimique est la plus petite concentration de gaz détectable. Cette caractéristique dépend de la sensibilité du capteur, mais également du bruit de mesure Δf_{bruit} . Généralement, on suppose être capable de faire une mesure si elle est supérieure à trois fois le bruit de mesure. Ainsi, la limite de détection peut s'exprimer :

$$LOD = \frac{3\Delta f_{bruit}}{S_{C_g}} \quad (Eq.1.16)$$

Cette expression permet de montrer que la mesure d'une très faible concentration de gaz est possible en combinant une bonne sensibilité et un faible bruit de mesure Δf_{bruit} , donc un facteur de qualité important.

Les trois grands axes de la recherche sur les micropoutres sont : l'abaissement des limites de détection, le gain en sensibilité et la hausse de la sélectivité.

Ceci peut se faire en travaillant sur l'optimisation des structures, de l'électronique associée et des principes de détections. L'optimisation des structures repose souvent sur la miniaturisation des systèmes menant à de plus grande sensibilité. Quand à l'électronique associée, elle se doit d'être le moins bruitée possible et ne pas être assujettie à de fortes dérives, tout ceci afin de repousser les limites de détections. Enfin, l'optimisation des principes de détections repose sur la recherche de l'accentuation de la réponse du capteur face à un phénomène.

Un exemple de réalisation récente au laboratoire est la caractérisation d'une micropoutre sans couche sensible, de dimension spécifique, exposée à différentes concentrations d'hélium dans de l'azote, afin d'observer la dynamique de réponse. La figure 1.15 représente l'allure typique d'une détection représentant les variations de la fréquence de résonance de la micropoutre.

La ligne de base représente le flux du gaz vecteur (ici l'azote), et les paliers correspondent à une détection d'hélium, d'une teneur allant de 2% à 0,5%.

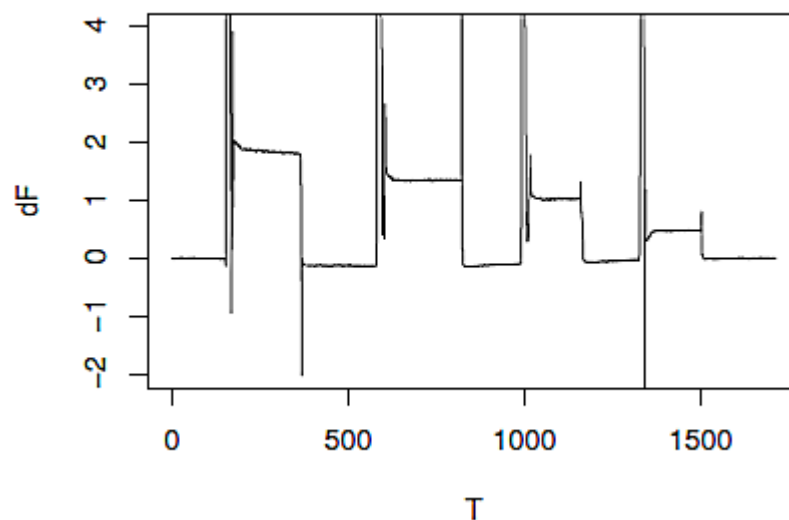


Figure 1.15 : Exemple de réponse d'une micropoutre sans couche sensible détectant quatre concentrations d'hélium dans de l'azote : environ 2%, 1,5%, 1% et 0,5% [28].

On distingue très nettement les instants d'arrivée et de départ de l'hélium environ toutes les 3 minutes, pour l'exemple donné, et les variations de fréquence associées sont facilement mesurables. Il y a normalement une légère dérive sur l'ensemble de la réponse (qui a été soustraite dans ce cas). On peut remarquer un court régime transitoire en début de palier correspondant à l'arrêt brutal de l'arrivée du gaz vecteur lors d'un changement de consigne.

Ce défaut sera corrigé avec le pilotage du nouveau réseau gaz, où le flux du gaz vecteur sera ininterrompu lors du changement de consigne de concentration.

Cette perspective amène une transition, peu conventionnelle, de la réalisation du réseau gaz.

CHAPITRE II – MISE EN PLACE ET REALISATION DU RESEAU GAZ

II-1 Situation actuelle et objectifs du nouveau réseau gaz

II-1-1 Cahier des charges

II-1-1-1 Etat des lieux

Au sein du groupe Microsystèmes, les créations d'atmosphères gazeuses particulières et les expérimentations des microcapteurs en détection gazeuse s'effectuent dans une salle du laboratoire possédant un réseau gaz installé dans les années 80. Cette ligne de gaz est posée sur un support en inox de 1,95m de long, 1,15m de large et de 7mm d'épaisseur, positionné sous une hotte aspirante. Le gaz vecteur ⁽¹⁾ utilisé est l'azote et provient de la vaporisation d'azote liquide situé dans un réservoir 5000 litres, équipé d'un réchauffeur atmosphérique en aval. Le départ réseau en azote dans la salle s'effectue par l'intermédiaire d'un détendeur *Air liquide*, type *BS*, avec une pression réglable de 0 à 4 bar.

D'autres gaz purs ⁽²⁾, stockés en bouteille dans un local extérieur adapté, étaient distribués jusqu'à la salle du réseau gaz : dioxyde d'azote NO_2 , phosphine PH_3 et arsine AsH_3 (utilisés notamment comme dopants pour la fabrication de semi-conducteurs), monoxyde de carbone CO , méthane CH_4 , hydrogène H_2 , dioxyde de carbone CO_2 et air reconstitué. Excepté pour ces deux derniers, les autres bouteilles des gaz ⁽³⁾ pré-cités ne sont plus utilisées ou disponibles.

Le circuit de distribution de gaz est composé par des canalisations inox 6mm, fixées le long des parois du local de stockage, qui transitent dans une pièce contenant un compresseur d'air et située entre le local et la salle réseau gaz, pour enfin aboutir après quelques mètres dans la salle du réseau gaz. Le local de stockage dispose d'une panoplie de détente, sous forme de plaque rectangulaire en inox (*Fig.2.1*) et comprend :

- des vannes d'entrée 3 voies de marque *Whitey*, qui permettent la distribution de gaz dans les canalisations. Aucun flexible n'étant raccordé en sortie de détendeur bouteille, ces vannes sont inutilisées actuellement.
- des électrovannes 24V-260mA de marque *Asco*, normalement fermées, qui ne sont plus alimentées.
- des vannes pneumatiques alimentées en air comprimé (réseau fonctionnel) et contrôlées par des électrovannes, permettant la distribution de gaz inflammables (non fonctionnelles).
- une rampe de purge utilisée pour l'inertage de lignes, lors d'un changement de flexible d'une bouteille, par exemple.

(1) Gaz qui véhicule un ou plusieurs autre(s) gaz. Les deux gaz vecteurs définis pour les applications du nouveau réseau sont l'azote et l'air reconstitué.

(2) Gaz réalisés avec un taux d'impuretés de quelques ppb-mol à quelques %-mol, suivant la qualité choisie.

(3) Certains de ces gaz seront utilisés sous forme de mélange, et sont nommés *gaz interférents* dans ce mémoire.



Figure 2.1 : Panoplie inox du local de stockage extérieur de bouteilles de gaz avant modification.

Le circuit pénètre à l'intérieur de la salle du laboratoire sous la hotte aspirante, pour la distribution de gaz au niveau de la partie supérieure de la ligne, posée sur le support.

Les canalisations en inox 6mm forment alors un réseau complexe, composée principalement des mêmes vannes et électrovannes que la panoplie du local de stockage, ainsi que des débitmètres massiques analogiques de marque *ASM*, type *AFC260* (Fig.2.2). Le réseau comprend également un hygromètre non fonctionnel de marque *Coreci*, relié en liaison analogique à un circuit d'interfaçage, ainsi que des événements et des sorties d'utilisation.

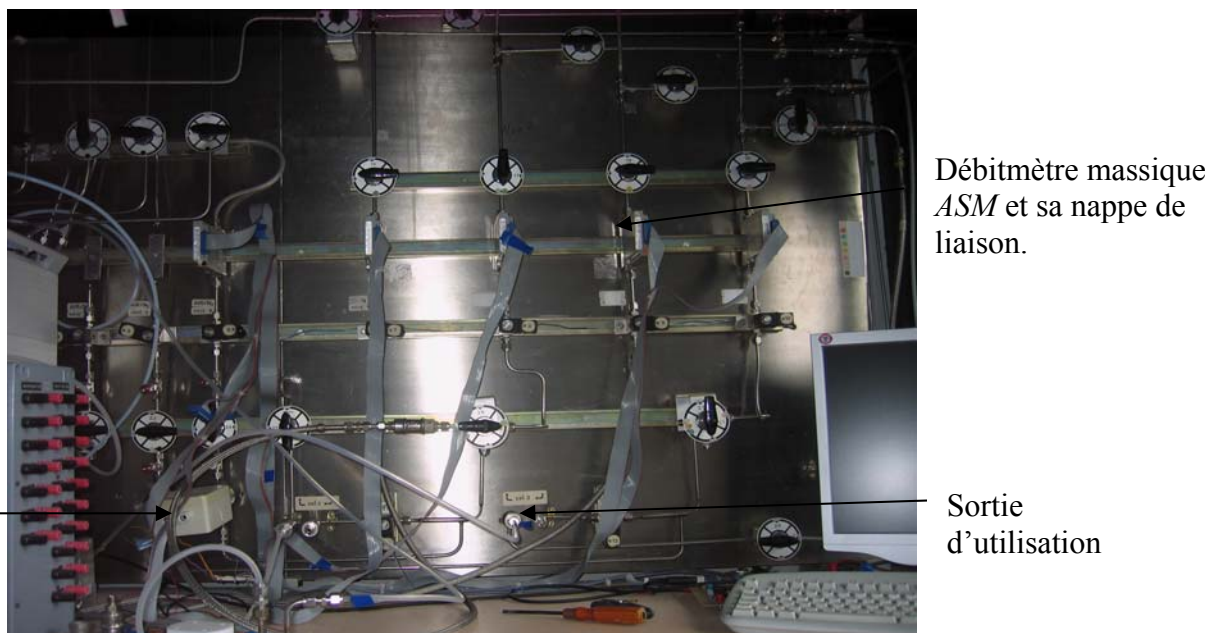


Figure 2.2 : Réseau gaz avant modification.

Sur cette panoplie, plusieurs voies sont inutilisées ou déconnectées. Une même voie peut servir de distribution pour deux gaz interférents différents (hélium et dioxyde de carbone) et constitue alors une source de pollution de canalisation, qui peut contribuer à une augmentation de l'incertitude de

mesure de la concentration des gaz générés lors d'un mélange. Une bouteille de mélange hélium/azote et une bouteille de dioxyde de carbone pur sont par ailleurs stockées dans la salle du réseau gaz, ce qui n'est pas recommandé pour des raisons de sécurité (risques d'anoxie ⁽¹⁾ ou d'incident liés au mauvais état ou au fonctionnement incorrect des détendeurs bouteilles).

Des tests d'étanchéité ont été effectués sur toutes les canalisations cheminant du local de stockage jusqu'aux sorties du réseau dans la salle. Il s'avère que les conduites sont fonctionnelles et en bon état, mais dans cette configuration, il est impossible de connaître et de réguler la pression du ou des gaz circulant dans les canalisations, sans sortir du bâtiment et contrôler la valeur du manomètre des bouteilles dans le local de stockage.

Parmi les cinq régulateurs analogiques de débit massique *ASM*, type *AFC260* présents sur la ligne de gaz, seuls trois sont utilisés : deux sur une gamme 0-1 L/min et un sur une gamme 0-100mL/min. Ils permettent de mesurer et réguler un débit massique directement en unité de débit rapportée à 760mm de mercure et 0°C, avec une précision constructeur de +/- 1% de la pleine échelle et une répétabilité de 0,5% de la pleine échelle.

Le principe de la mesure de débit s'effectue à partir d'une fraction de celui-ci : ce débit s'écoule dans un tube capillaire sur lequel sont bobinées deux résistances électriques alimentées par un pont de Wheastone. Le transfert de chaleur le long du tube, dû au débit de gaz, crée un déséquilibre de ce pont. Un circuit électronique linéarise et amplifie ce signal de manière à obtenir une tension analogique 0-5Vdc, proportionnelle au débit. Chaque gaz ayant des propriétés thermiques différentes, les régulateurs de débit massique sont calibrés pour un gaz et une gamme donnée. Pour fonctionner avec un gaz différent, un facteur de conversion est appliqué sur la valeur lue.

Concernant le pilotage et l'alimentation des débitmètres et des électrovannes, les systèmes de conditionnement et de transmission des signaux s'effectuent grâce à une carte d'acquisition *National Instruments*, modèle *PCI NI 6025 E*. Un boîtier de connexion *SBC100* sert à brancher les entrées et sorties traitées par la carte d'acquisition.

Les débitmètres sont reliés par des nappes de liaison à un rack multifonctions (alimentation 24V et multimètre, relié au PC par une liaison RS232) encombrant et vétuste, raccordé à un circuit d'interfaçage peu accessible à l'utilisateur car positionné au niveau du sol. Ce circuit imprimé, qui sert d'interface entre les connexions de « l'ensemble » thermo-hygromètre-électrovannes et la carte d'acquisition *National Instruments*, commande 3 électrovannes.

L'interface est composée de relais électromécaniques pour le pilotage des électrovannes, et de convertisseurs courant / tension dédiés au signal 4-20 mA du thermo-hygromètre.

Lors de tests de fonctionnement du circuit, un des relais a été détruit (probablement dû à une surtension et à l'absence de diodes de protection).

La figure 2.3 présente un schéma du réseau positionné sur le support inox, avant modification.

(1): asphyxie par réduction de la teneur en oxygène de l'air.

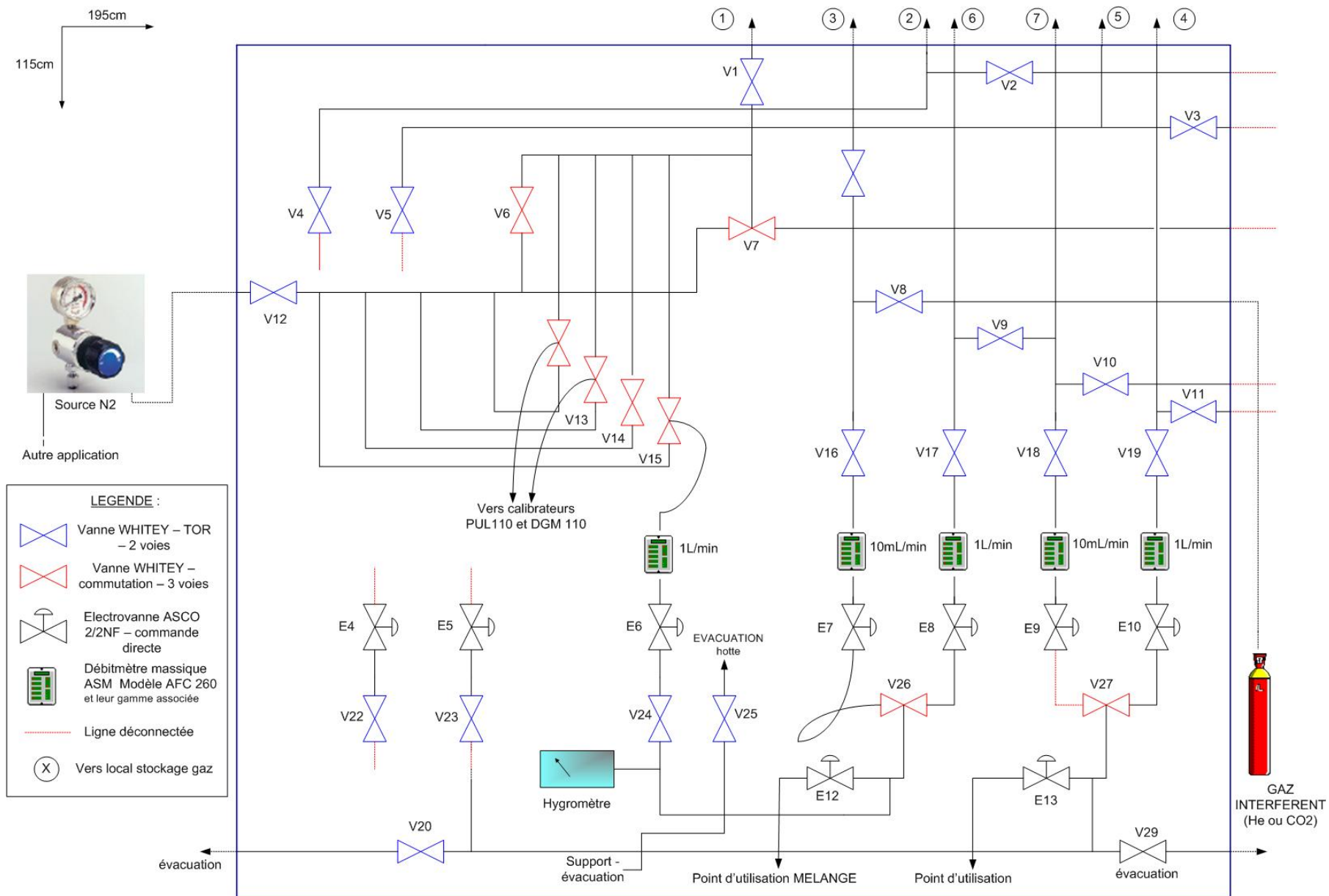


Figure 2.3 : Schéma du réseau gaz avant modification.

II-1-1-2 Développements souhaités

Une première réunion de l'équipe *MMM* du laboratoire a permis de fixer les objectifs liés à l'installation et au fonctionnement du nouveau réseau gaz.

L'IMS souhaite disposer de :

- 2 gaz vecteurs : air reconstitué ou azote, qui alimenteront un des calibrateurs⁽¹⁾ de vapeurs de marque *Calibrage (PUL 110 ou DGM 110)* et/ou seront mélangés à un ou plusieurs gaz vecteurs ou interférents.
- 1 gaz étalon issu de l'un ou l'autre des calibrateurs, pouvant être mélangé à un ou plusieurs gaz interférents et/ou gaz vecteurs.
- 4 gaz interférents : hydrogène, hélium, dioxyde de carbone et méthane, stockés ensemble et à teneur⁽²⁾ d'environ 5% chacun ; le gaz de fond retenu pour l'instant étant l'azote. Le niveau de précision requis pour le mélange (écart de réalisation et incertitude), ainsi que la taille des bouteilles, et une évaluation de la consommation restent à déterminer.

Un des objectifs de fonctionnement du réseau gaz est la possibilité de produire, sous débit contrôlé, un mélange homogène, binaire, ternaire ou plus et de l'utiliser vers une ou deux lignes de sorties, pour des applications d'analyses et de caractérisation de capteurs.

Un circuit de régulation, composé d'électrovannes et de régulateurs de débits massiques, sera piloté sous *LabVIEW* (pour les débitmètres, une correction des facteurs liés aux masses et volumes molaires des gaz sera intégrée), et le programme permettra de générer des séquences de concentrations et/ou débits variables. La possibilité de disposer de deux lignes de sorties indépendantes pour des applications différentes, sera envisagée.

L'idée est d'utiliser un support de ligne moins encombrant, conçu en reprenant le maximum de matériel en bon état de fonctionnement et déjà présent sur la ligne (vannes 2 voies – 3 voies / électrovannes / débitmètres...), de stocker les bouteilles de gaz dans le local extérieur prévu à cet effet et de raccorder le réseau du local de stockage à la ligne à gaz de la salle.

Des appareils de contrôle de la pression, température et hygrométrie des gaz devront être intégrés en sortie de réseau, et l'achat d'un thermo-hygromètre supplémentaire devra être envisagé pour le contrôle atmosphérique dans une future enceinte thermo-régulée ou dans un dispositif de chauffage des gaz. Du fait de la possible génération de vapeurs d'éthanol et de toluène dans le réseau, les matériaux et appareils utilisés devront être d'une part compatibles avec la nature physico-chimique des gaz, et d'autre part résistants à des températures et hygrométries élevées. Le thermo-hygromètre devra présenter une étendue de mesure de 0 à 80°C en température, avec une précision minimale de +/-1°C, ainsi qu'une gamme d'humidité relative de 0 à 100%HR, avec une précision minimale de +/-4%HR.

De manière générale, le nouveau réseau doit apporter des pistes concrètes de progrès en matière de sécurité et d'optimisation des fluides.

(1) : perméamètres générant des gaz et des mélanges humides avec une concentration, une température et un débit contrôlé (exemple : air/éthanol, azote/toluène). Le fonctionnement de ces calibrateurs est expliqué plus en détail dans le chapitre IV-3-1-4.

(2) : Les teneurs des mélanges réalisés en bouteille mentionnées dans ce rapport sont des concentrations molaires, exprimées par le fournisseur en %-mol ou en ppm-mol (1% = 10⁴ ppm), toutes ayant une incertitude de mesure (en général 2%) donnée avec un intervalle de confiance à 95% (k=2).

II-1-2 Descriptif des propositions de modification de réseau gaz

II-1-2-1 Eléments communs des propositions

Les développements souhaités pour le nouveau réseau gaz amènent à une réflexion concernant l'utilisation du réseau par une ligne de sortie de mélange gazeux ou par deux lignes de sorties indépendantes. Deux propositions sont donc élaborées sur la base de cette orientation et intègrent ces éléments communs :

- Les bouteilles des gaz interférents, ainsi que la bouteille d'air reconstitué (gaz vecteur) seront situées dans le local de stockage extérieur. Les détendeurs bouteilles déjà existants pourront être utilisés, sous réserve de compatibilité, d'une bonne étanchéité et de la stabilité de la pression de sortie. A ce titre, des tests seront effectués sur tous les détendeurs bouteilles présents sur le site.
- L'hydrogène et le méthane étant des gaz inflammables, il est nécessaire de prendre des précautions de sécurité quand à leur mise en place et utilisation. La limite inférieure d'explosibilité ⁽¹⁾ de l'hydrogène dans l'azote étant de 5,7 %, on peut alors considérer le mélange hydrogène/azote à 5% comme un gaz inerte. La concentration d'hydrogène dans les bouteilles de mélange azote/hydrogène ne devra pas dépasser 5%. De même, la concentration de méthane dans les bouteilles azote / méthane ne devra pas dépasser 17% (valeur de la limite inférieure d'explosibilité du méthane dans l'azote). Pour une concentration supérieure ou un gaz de fond différent, les modifications envisagées du réseau ne seraient plus en conformité avec les règles de sécurité en vigueur.
- Le raccordement au départ réseau du local de stockage nécessitera la dépose des électrovannes et vannes pneumatiques actuelles, la pose de raccords de sortie double bague à sertir sur tube inox 6mm entre chaque détendeur et les vannes de départ réseau, ainsi que la pose de raccords unions et de tubes inox 6mm à raccorder sur les canalisations existantes.
- Le support inox de la ligne de gaz en intérieur sera entièrement démonté, et la mise en œuvre de la nouvelle ligne sera réalisée sur un support neuf, en tôle aluminium : 90x115cm pour un réseau à 1 ligne ou 110x115cm pour un réseau à 2 lignes, soit dans les deux cas un gain de place en surface supérieure à 40% au réseau existant.
- Les canalisations seront en tube inox 6mm, et dans la mesure du possible, assemblées par soudage (procédé TIG). Pour le montage des détendeurs, vannes, électrovannes, clapets, débitmètres et manomètres, des raccords union ou à double bague à sertir seront utilisés. Les supports de tuyauterie seront réalisés de manière à éviter toute forme de corrosion, et répartis de façon à supporter correctement la charge de la tuyauterie et de ses accessoires.
- Pour les gaz vecteurs, le départ réseau azote (détendeur *Air Liquide*, type *BS* réglable de 0 à 4 bar) reste inchangé. Pour l'utilisation de l'air reconstitué comme gaz vecteur, un détendeur *Air Liquide* type *BD* sera monté à proximité du détendeur azote, et sera raccordé à la ligne provenant du local de stockage.

La pression de sortie sera réglable de 1 à 8 bar. Une vanne 3 voies (V1), positionnée à l'extrémité gauche du support, permettra de choisir l'air ou l'azote comme gaz vecteur.

Ce gaz vecteur pourra :

- alimenter l'un ou l'autre des calibrateurs *Calibrage*
- et/ou être utilisé sur la ou les lignes de gaz, à faible ou fort débit avec un système de deux débitmètres massiques de gammes différentes placés en parallèle.

(1) : La limite inférieure d'inflammabilité (LIE) ou d'explosivité d'un mélange est la concentration du combustible, donnée à pression atmosphérique et pour une température de 20°C, en dessous de laquelle la combustion ne peut ni s'entretenir ni se propager.

- permettre une dilution de gaz(s) interférent(s) sur une canalisation commune, par l'intermédiaire d'électrovannes.
 - et/ou servir à purger la ou les ligne(s) de réunion des gaz (en azote uniquement).
- Pour les gaz interférents, le départ réseau à l'intérieur de la salle sera mis en place sur un support de détendeurs basse pression pour canalisations, de marque *Air Liquide*, type *BD*. Leur pression est réglable de 0,3 à 3 bar ou de 1 à 8 bar. La pression minimale à l'entrée des débitmètres *ASM* étant de l'ordre de 3 bar, le modèle 1-8 bar semble le plus adapté si ces débitmètres sont conservés. Dans le cas d'acquisition de nouveaux débitmètres (*II-1-3-2*), cette pression de sortie de détendeur est également compatible avec l'utilisation des débitmètres. Le débit nominal en azote pour ce type de détendeur est de 5 m³/h, et le taux de fuite est inférieur à 3.10⁻⁷ mbar.L/s d'hélium.

Il est prévu pour chaque ligne d'interférents : une vanne *Whitey* 2 voies, un clapet anti-retour pour maintenir la qualité du gaz et éviter une pollution accidentelle des réseaux, et un ou deux débitmètres massiques selon la modification envisagée. L'étanchéité des vannes réutilisées et le fonctionnement des électrovannes seront contrôlés.

- Deux transmetteurs de température et humidité (avec une sortie 0-10V de préférence, pour s'affranchir de convertisseurs courant / tension au niveau du circuit d'interfaçage et acquisition sous *LabVIEW*) seront intégrés sur les lignes de gaz, avant la sortie d'utilisation. Les supports d'adaptation de sonde thermo-hygrométrique existants sur la canalisation inox 6mm pourront être utilisés, en s'assurant d'une étanchéité optimale.

- Pour les gaz issus de l'un ou l'autre des calibrateurs, le réseau prévoit une ligne de sortie indépendante, un système d'évacuation pour les excès de génération de gaz étalons et la possibilité de rejoindre sur une ligne ou deux lignes (ou dans le cas d'un réseau 1 ligne : une voie ou 2 voies), le mélange gaz vecteur / gaz interférent par l'intermédiaire d'électrovannes.

II-1-2-2 Choix d'un réseau gaz 1 ou 2 lignes

Le choix d'un réseau à une ou deux lignes d'utilisation dépendra du nombre et des gammes de débitmètres pouvant être mis à disposition ou investis et des besoins spécifiques liés aux applications actuelles ou futures :

- Le réseau à une ligne d'utilisation comprend 4 débitmètres massiques pour les gaz interférents (*d3 à d6*) et 2 voies de sorties, définissant un mélange avec un gaz vecteur à fort ou faible débit selon le choix (*Fig.2.4*).
- Le réseau à deux lignes d'utilisation comprend 8 débitmètres massiques pour les gaz interférents (*d3 à d10*) et 2 voies de sorties, prévues pour deux applications indépendantes. Les limites de ce système à 2 lignes résident dans la génération simultanée de débits d'un même gaz interférent : ces débits devront respecter la gamme des deux débitmètres massiques utilisés (*Fig.2.5*).

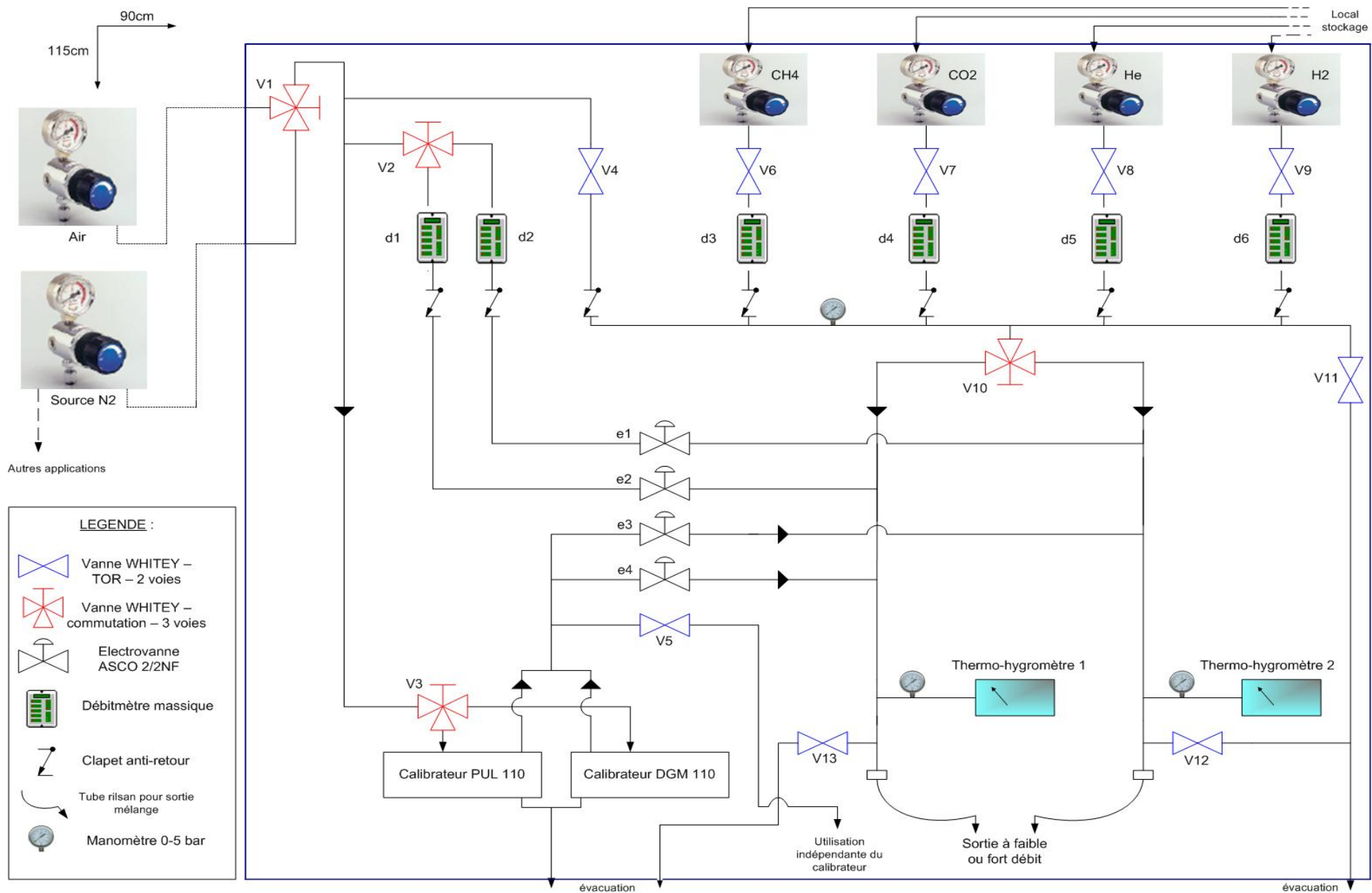


Figure 2.4: Proposition de modification du réseau gaz avec une ligne de sortie et 2 voies de faible ou fort débit.

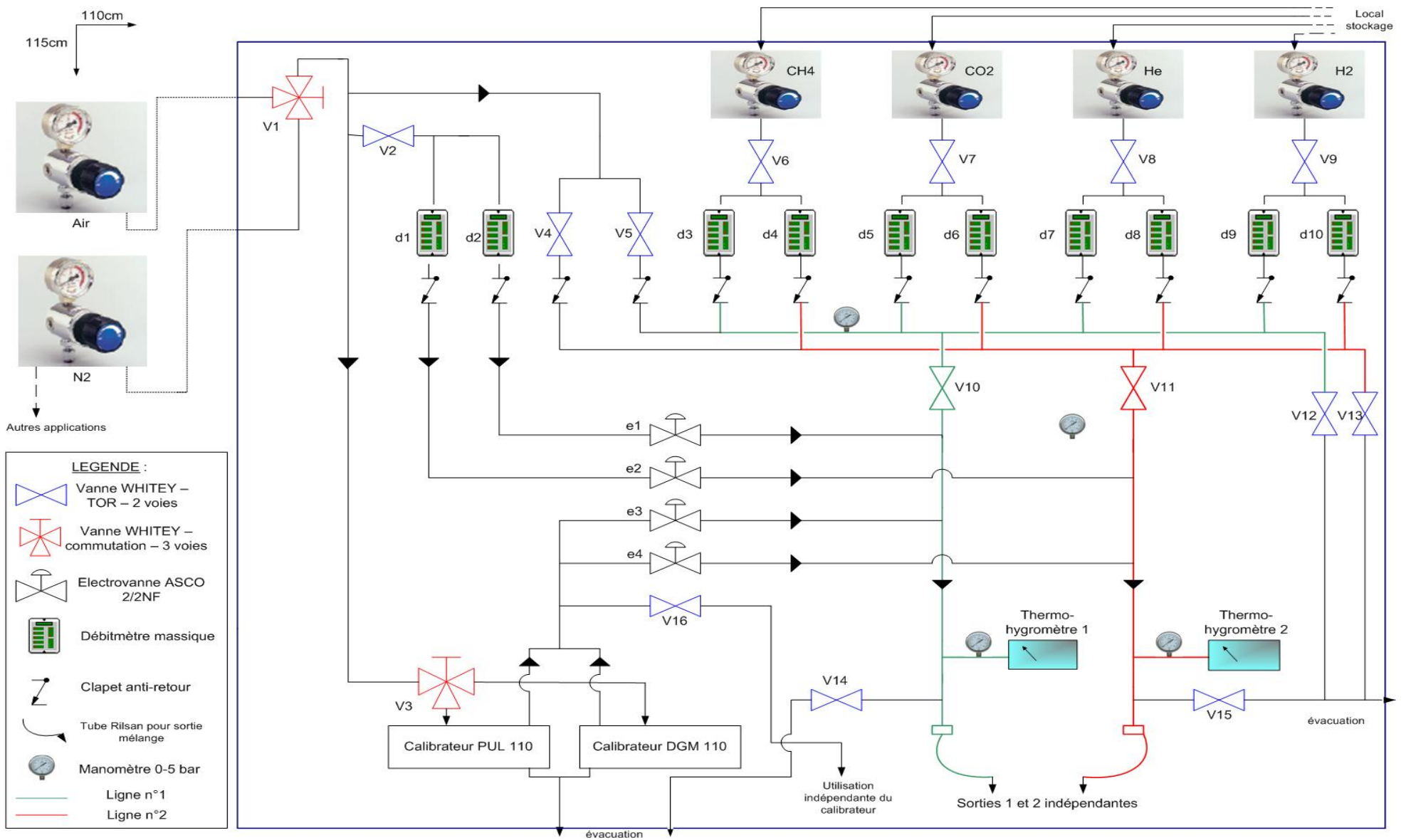


Figure 2.5 : Proposition de modification du réseau gaz avec deux lignes de sorties indépendantes.

II-1-3 Etude de l'instrumentation nécessaire au fonctionnement du réseau gaz

II-1-3-1 Configuration possible avec les débitmètres du laboratoire

Le tableau 2.1 fait état de l'inventaire des régulateurs de débits massiques présents au laboratoire.

MARQUE	TYPE	GAMME	NOMBRE	GAZ	REMARQUES
ASM	AFC260	1 L/min	4	N2	
ASM	AFC260	10 mL/min	6	N2	2 semblent défectueux
ASM	AFC260	10 mL/min	1	CH4	
AIR LIQUIDE	RDM 280	30 L/min	1	N2	
AIR LIQUIDE	RDM 280	20 L/min	2	N2	
AIR LIQUIDE	RDM 280	100 mL/min	1	N2	
AIR LIQUIDE	RDM 280	20 L/min	1	N2	
BROOKS	5850TR	1 L/min	1	AIR	
BROOKS	5850TR	100 mL/min	1	N2	
BROOKS	5850TR	10 mL/min	1	CO	

Tableau 2.1 : Inventaire et caractéristiques des débitmètres du laboratoire.

Lors d'une réunion portant sur le cahier des charges du réseau gaz, le choix s'était porté sur des débitmètres 100 mL/min pour les gaz interférents mais seulement 2, de marques différentes, sont disponibles. Les possibilités d'utilisation des débitmètres en fonction de leur gamme, et des applications sont donc à repenser.

Deux configurations sont données à titre d'exemple, en fonction d'un réseau à une ou deux lignes utilisatrices (Tableau 2.2).

	GAZ	CONFIGURATION 1	CONFIGURATION 2
RESEAU 1 IGNE	Vecteur	AFC 260 1 L/min	5850TR 1 L/min
	Vecteur	AFC 260 10 mL/min	RDM 280 100 mL/min
	Interférent	AFC260 1L/min	AFC 260 1 L/min
	Interférent	AFC260 10 mL/min	AFC 260 1 L/min
	Interférent	AFC260 1 L/min	AFC 260 1 L/min
	Interférent	AFC260 10 mL/min	AFC 260 1L/min
RESEAU 2 LIGNES	Vecteur	AFC260 10 mL/min	RDM 280 30L/min
	Vecteur	RDM 280 100 mL/min	5850TR 1 L/min
	Interférent	AFC 260 1 L/min	AFC 260 1 L/min
	Interférent	AFC 260 10 mL/min	RDM 280 100 mL/min
	Interférent	AFC 260 1 L/min	RDM 280 20 L/min
	Interférent	AFC 260 10 mL/min	AFC 260 1 L/min
	Interférent	AFC 260 1 L/min	RDM 280 20 L/min
	Interférent	AFC 260 10 mL/min	AFC 260 1 L/min
	Interférent	AFC 260 1 L/min	AFC 260 1 L/min
Interférent	AFC 260 10 mL/min	5850TR 100 mL/min	

Tableau 2.2 : Exemples de configurations de réseaux avec les débitmètres du laboratoire.

Pour le réseau à 1 ligne, la configuration 1 permet d'identifier une ligne gaz vecteur et interférent en faible ou fort débit contrôlé.

La configuration 2 permet une régulation à fort débit contrôlé et un échange de débitmètres entre les gaz interférents en cas de défaut.

Pour le réseau à 2 lignes, les deux configurations exposées dans le tableau permettent de créer une ligne fort débit et une ligne faible débit. Dans le cas où les débitmètres 10 mL/min ne seraient pas adaptés à l'utilisation du réseau, la configuration 2 permet d'utiliser une gamme de débit plus large.

II-1-3-2 Suggestion d'acquisition de nouveaux débitmètres

Les configurations développées ci-dessus sont proposées dans le cas de l'utilisation des débitmètres présents sur le site. La plupart fonctionnent depuis plus de 20 ans et leur probable dérive durant cette durée est inconnue, car ils ne sont soumis à aucun étalonnage périodique.

De plus, certains semblent défectueux et encrassés. L'exactitude des débitmètres massiques étant un paramètre métrologique important pour les futures applications nécessitant l'emploi de la ligne de gaz, il est indispensable d'effectuer une prestation d'étalonnage ou de calibration dans un laboratoire de métrologie pour chacun des débitmètres utilisés.

Une autre solution réside dans l'acquisition d'appareils neufs.

L'avantage est de bénéficier des dernières technologies en matière de régulateurs de débit massique numériques ou analogiques, pouvant être adaptés aux systèmes actuels de conditionnement et de transmission du signal, ou équipés d'un bus de terrain compatible avec les protocoles afférents au pilotage sous *LabVIEW*. Le choix de cette solution implique un comparatif des différents modèles existants sur le marché, et compatibles avec les objectifs de fonctionnement du réseau gaz.

Avant de présenter les fournisseurs retenus et leurs appareils, qui seront comparés suivant leurs spécifications techniques, il faut analyser les besoins et les performances requises pour le choix de régulateurs de débit massique, adaptés au réseau gaz.

II-1-3-3 Débitmètres massiques à effet thermique

Les débitmètres massiques délivrent à partir d'un seul capteur une mesure largement indépendante de propriétés du fluide telle que la viscosité, la densité, la pression ou la température, alors que ces paramètres modifient souvent le signal primaire brut des débitmètres volumétriques. Ils ne comportent pas de pièces mobiles au contact du fluide mesuré et ne perturbent donc pas son écoulement.

Les constructeurs de débitmètres massiques se sont attachés à optimiser leurs nouvelles créations en fonction du segment de marché visé. La faible erreur de mesure spécifiée pour la plupart des modèles indique que les qualités métrologiques ont fait l'objet d'une attention toute particulière.

On se trouve alors en présence d'un très large éventail de matériels nouveaux, chacun visant plus particulièrement un créneau délimité, en fonction de son principe de fonctionnement : débitmètres à force de Coriolis, à effet Vortex, à ultrasons, à tube de Venturi, ionique, électromagnétique, à effet thermique, etc.

Afin d'orienter notre choix vers une de ces catégories de régulateurs de débits massiques, il est nécessaire d'examiner au préalable la nature de l'application et des types de fluides utilisés dans notre processus de mesure.

Les régulateurs devront fonctionner dans notre application avec de l'azote, de l'air reconstitué, et des mélanges de gaz à 5% (hydrogène, hélium, dioxyde de carbone et méthane) dans de l'azote en gaz de fond.

Les paramètres physiques caractéristiques de ces gaz peuvent influencer sur le modèle des débitmètres : point de condensation, viscosité, masse volumique, conductivité thermique...

Les gaz utilisés avec le nouveau réseau sont propres et non visqueux, considérés comme inertes, de faible masse volumique, avec des conductivités thermiques de l'ordre du $1/10^{\text{ème}}$ de Watt/Mètre/Kelvin, excepté pour l'air et l'azote où cette conductivité est plus faible ($0,03 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$).

Les paramètres chimiques caractéristiques de ces gaz peuvent engendrer des incompatibilités entre le gaz et les matériaux des éléments constituant le débitmètre.

Dans notre cas, le régulateur de débit massique associé au CO₂ sera, si possible, dépourvu d'élastomères (chloroprène, nitrile, silicone ou encore éthylène) pour éviter un gonflement, une perte de masse importante ou encore un fort taux de perméation par réaction chimique.

L'environnement physique (température ambiante, hygrométrie, pression...) est une grandeur d'influence qui doit être étudiée avec attention dans le cas où les débitmètres sont soumis à des conditions sévères d'environnement.

Dans notre cas, les gaz distribués par les canalisations situées en amont de l'emplacement des débitmètres sont secs et la pression en sortie de détendeur (et donc en entrée de débitmètre) est inférieure à 8 bar. La température des gaz en sortie de bouteilles peut varier entre 10°C et 30°C suivant les conditions météorologiques. Il n'y a pas lieu d'évaluer les déviations de nature accidentelle par rapport à ces valeurs et les paramètres d'environnement physique ne sont donc pas influents pour notre application.

D'autres contraintes d'environnement habituellement prises en compte sont la présence de champs électromagnétiques, de champs électrostatiques, et les risques de foudre ; ce sont là des éléments qui ne joueront pas un rôle déterminant dans le choix du principe de mesure, bien qu'il soit important de savoir comment le matériel en aura été protégé.

Les conditions d'installation et d'exploitation des débitmètres définissent un encombrement acceptable, notamment en ce qui concerne les longueurs droites amont et aval nécessaires à la qualité de la mesure. L'encombrement de l'instrument peut dépendre de conditions de montage telles que sa position horizontale ou verticale, son montage entre brides, ou la nécessité de le souder en partie à la canalisation. Dans le cadre de la panoplie du réseau gaz, les débitmètres massiques devront être équipés de raccords d'entrée et sorties de 6mm, et seront montés en position verticale.

En fonction de ces premières données, le type de débitmètre le plus adapté aux différents fluides, à leurs gammes de débits et aux objectifs du réseau gaz est **un régulateur de débit massique à effet thermique**⁽¹⁾.

Le principe de base est fondé sur de la cinétique du transfert de chaleur au sein d'un fluide ; il exploite à cet effet une propriété caractéristique de la matière qui est, dans le cas d'un gaz, sa **capacité thermique massique Cp** (appelée aussi *chaleur spécifique*) à pression constante. Celle-ci est déterminée par la quantité d'énergie à apporter par échange thermique pour élever d'un degré la température de l'unité de masse du gaz maintenu à pression constante. C'est donc une grandeur intensive qui permet d'avoir accès aux variations d'enthalpies en fonction de la température pour une phase donnée et s'exprime en J.K⁻¹.kg⁻¹ ou en J.K⁻¹.mol⁻¹.

Soit h l'enthalpie massique et T la température du gaz. La capacité thermique massique à pression constante est définie par la relation :

$$C_p = \left(\frac{\partial h}{\partial T} \right)_p \quad (\text{Eq.2.1})$$

Dans notre application pratique, en considérant les gaz utilisés comme des gaz parfaits, leur enthalpie n'est seulement fonction que de la température ($h = h(T)$). Par conséquent, la capacité thermique massique (à volume constant ou à pression constante) des gaz parfaits dépendent uniquement de la température.

(1) : Le débitmètre à force de Coriolis est un concurrent sérieux au débitmètre à effet thermique car on pourrait trouver un modèle récent parfaitement adapté aux applications du réseau gaz avec des performances métrologiques bien meilleures que le débitmètre à effet thermique, mais son prix actuel est environ quatre à cinq fois plus cher que ce dernier. Ce débitmètre est donc écarté dans notre étude de choix.

Connaissant la valeur de C_p pour un gaz à une température et pression donnée, la solution technique pour déduire le débit massique peut être résumée de la manière suivante :

Une partie du fluide circule dans un tube capillaire monté en dérivation de la conduite (Fig.2.6). Le tube de mesure comprend deux sondes de température placées l'une en amont (T1) et l'autre en aval (T2) d'un élément chauffant qui amène le fluide à une température fixée par le fournisseur (souvent une trentaine de degrés au-dessus de la température ambiante). Lorsque le débit est nul, $T_2 = T_1$. Lorsque le débit augmente, T_1 décroît avec le débit de manière linéaire (pour les débits faibles). T_2 augmente linéairement tant que le débit est limité.

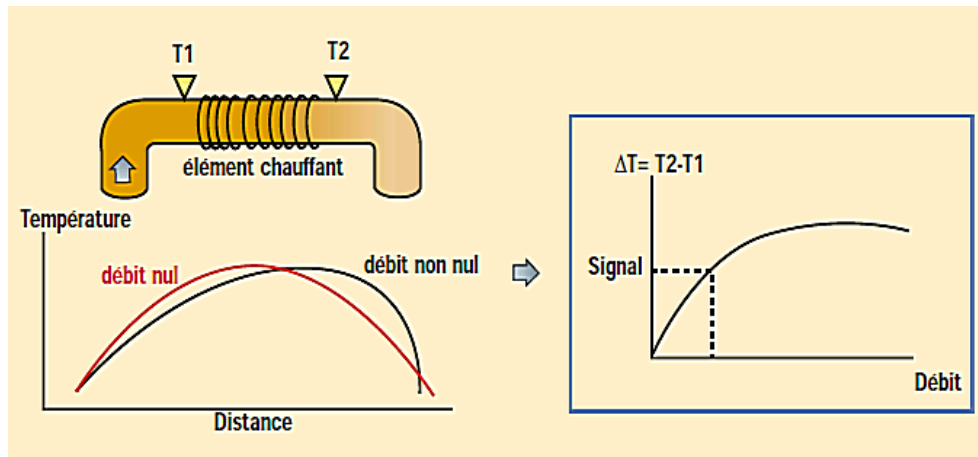


Figure 2.6 : Schéma du principe de base d'un débitmètre massique à effet thermique [38].

Le débit massique est déduit de la puissance thermique nécessaire pour augmenter la température du fluide en écoulement d'une faible valeur prédéterminée (quelques degrés) ; on peut réciproquement exploiter la variation de température du fluide lorsqu'il reçoit une puissance fixe :

$$dW = DC_p dT \quad (\text{Eq.2.2})$$

avec W la puissance thermique (en W) mise en œuvre, D le débit massique mesuré (en mol.s^{-1}), C_p la capacité thermique molaire du fluide à pression constante (en $\text{J.mol}^{-1}\text{K}^{-1}$) et dT l'élévation de température du fluide (en K).

Quand le débit massique augmente, il y a de moins en moins de molécules de gaz qui prélèvent l'énergie et la mesure de température n'est plus proportionnelle au débit massique. En conséquent, ce principe ne s'applique que si toute la masse du fluide est uniformément chauffée et se trouve en équilibre avec les détecteurs thermiques. Pour pouvoir mesurer des débits plus importants, il faut diviser le flux gazeux total. Le flux principal s'écoule dans un élément à action laminaire et le courant secondaire sur lequel porte la mesure passe par le tube capillaire. Il est indispensable que le profil d'écoulement soit laminaire, autant dans la conduite principale que dans le capillaire. Un *tranquilliseur* d'écoulement permet alors de réduire les turbulences (Fig.2.7). Dans ces conditions, la perte de charge au passage du dispositif est suffisamment linéaire pour que l'on puisse déduire le débit total du débit mesuré dans le capillaire. Le débit en dérivation est donc conditionné par l'élément laminaire dans le courant principal. Pour calculer le débit total à partir du débit dans le capillaire, il faut que la répartition du débit dans le capillaire et dans le tube principal soit constante et connue. Le diamètre du capillaire varie selon les constructeurs. Il est de l'ordre de quelques centièmes de millimètre pour la plupart des modèles.

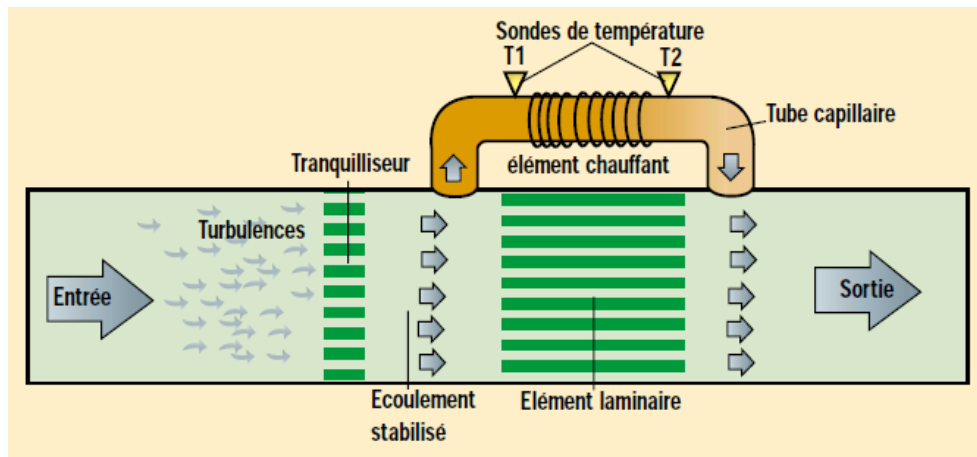


Figure 2.7 : Flux gazeux dans un débitmètre massique à effet thermique [38].

Le fonctionnement du régulateur de débit massique choisi pour le réseau sera repris dans le paragraphe II-2-3-1.

II-1-3-4 Performances requises dans le choix d'un débitmètre

Les critères importants à prendre en compte pour évaluer les performances d'un régulateur de débit massique sont les suivantes :

- La **dynamique** de mesure (appelée également *rangeabilité*) est le rapport du débit maximal au débit minimal que l'on devra mesurer en exploitation normale. Ce paramètre ne doit pas être analysé dans l'absolu : il est défini comme l'étendue de mesure dans laquelle les caractéristiques d'exactitudes que l'on requiert sont satisfaites.
- Lorsque un fournisseur mentionne la **précision** ⁽¹⁾ d'un régulateur de débit massique, il n'est pas toujours aisé de savoir de quoi l'on parle. Il convient d'abord de distinguer entre :
 - l'écart entre la valeur moyenne obtenue à partir d'une large série de résultats d'essai et une valeur de référence acceptée.
 - l'écart entre les résultats des mesurages successifs du même mesurande ; les mesurages étant effectués dans la totalité des mêmes conditions de mesure.

On parle fréquemment de **justesse** dans le premier cas, de **répétabilité** dans le second. La répétabilité est un concept statistique qui définit la seule dispersion de la mesure. Cette dispersion est généralement de l'ordre de 0,25 % de la valeur lue, ce qui est appréciable en régulation à point de consigne fixe.

Concernant l'aptitude d'un régulateur de débit à donner des indications très voisines sous des conditions de répétabilité, le terme **fidélité** sera employé.

- Les écarts de mesure sont, idéalement, exprimés par l'écart-type de leur dispersion, ou par leur niveau de confiance à 95 %. On se limite parfois à prendre l'écart crête à crête sur quelques mesures, mais cette méthode n'est valable en toute rigueur qu'en l'associant à des traitements statistiques souvent mal connus des exploitants industriels, tels que, par exemple, les tests de Student. La précision du débitmètre mentionné par un fournisseur est, dans certains cas, exprimée en pour-cent de la mesure, de 0,75 à 2 % suivant le modèle, dans la partie supérieure de l'étendue d'échelle réglée.

(1) : Terme ambigu, toujours utilisé dans l'industrie, mais qui est abandonné dans les textes normatifs métrologiques au profit du terme *exactitude*. Le mot « précision » est conservé dans ce mémoire lorsqu'il est question de spécificités techniques, mentionnées par un fournisseur d'appareils de mesure.

- La réponse étant linéaire avec le débit, l'erreur de mesure est proportionnelle à la valeur lue, de 0,75 à 2 % suivant le modèle, dans la partie supérieure de l'étendue d'échelle réglée. Lorsque l'on se rapproche du zéro, l'erreur tend vers un pourcentage fixe : entre 0,25 à 0,5 % du débit maximal mesurable (calibre).

L'erreur de mesure n'est donc pas indépendante de la plage de mesure dans laquelle on utilise l'instrument, ni de la dynamique.

- En commande PID, le **temps de réponse** est, sur certains modèles, paramétrable à partir de 0,5s, mais avec un bruit élevé ; le réglage standard est de quelques secondes, il ne s'agit pas, naturellement, du temps de réponse des capteurs primaires de température, qui est nettement moindre, mais de celui du signal de commande délivré par le régulateur.

Il est à noter que le temps de réponse croît avec la pression du fluide.

- Le besoin en **protection contre les surcharges** de la mesure est à considérer s'il apparaît que le débit maximal en exploitation normale est susceptible d'être accidentellement dépassé. Il importe de savoir comment réagira l'instrument et comment il reviendra à ses performances spécifiées, après cessation du dépassement.

- La qualité de la **source d'énergie** est à examiner sous les aspects suivants :

- écarts de tension (valeur efficace dans le cas de courant alternatif) ou de pression (source d'énergie pneumatique) par rapport à la valeur nominale ;
- écarts de fréquence, dans le cas d'une source électrique alternative, par rapport à la valeur nominale.

- L'examen de l'**interface opérateur** permet de définir les besoins liés à l'utilisation à distance du signal de mesure et les protocoles de communication les plus adaptés pour le pilotage du réseau. La liaison de mesure la plus utilisée pour les débitmètres massiques est encore la liaison analogique en courant 4-20 mA, avec ses variantes en tensions (1-5 V), sur une paire de fils par point de mesure ; il vient s'y ajouter des liaisons séries (RS 232, etc.), exploitées par des transmetteurs dits *intelligents*, susceptibles par exemple de corriger l'étalonnage de l'instrument qu'ils relaient.

Mais la plupart des régulateurs de débit massique commercialisés aujourd'hui sont équipés de bus de terrain, avec des protocoles de communication que les fournisseurs s'efforcent de normaliser (nous verrons que ce n'est pas toujours le cas dans l'exemple du comparatif présenté dans la section suivante). Ce type de régulation numérique permettra l'accès à plus d'informations que le signal analogique (état de la vanne adaptative de régulation, débit cumulé, auto-diagnostic...), ainsi que des avantages fonctionnels liés aux câblages de plusieurs débitmètres en série.

- **Les éléments économiques** à prendre en compte dans le choix d'un débitmètre ne se limitent pas à son seul **coût d'achat**. Cependant, il est rare que le **coût de fonctionnement** soit un élément déterminant, l'énergie dépensée par la plupart des débitmètres étant relativement faible. Le **coût de maintenance**, en revanche, est un élément significatif, que l'on devra essayer d'apprécier en termes de stock de pièces de rechange et de temps d'immobilisation du matériel. En ce qui concerne ce dernier point, la disponibilité des pièces de rechange doit être soigneusement étudiée.

- Restent enfin à prendre en compte divers éléments d'appréciation, de nature subjective, que l'on regroupera sous le titre **d'environnement humain et commercial**. Il conviendra d'apprécier la notoriété du constructeur pressenti, ainsi que la réputation du produit dont l'achat est envisagé, à partir des commentaires d'autres utilisateurs. La crédibilité du service après-vente du fournisseur est un autre élément d'appréciation ; il ne s'agira pas seulement

de la réparation du matériel défectueux, mais aussi des conseils ultérieurs, notamment si l'on souhaite retenir un débitmètre de principe nouveau, alors que l'on n'est pas certain de bien connaître toutes les spécificités de l'instrument considéré ni même, peut-être, celles du fluide sur lequel on l'utilisera.

- Choix des fournisseurs

Dans le cas de l'achat de régulateurs de débits massiques à effet thermiques, j'ai rencontré les technico-commerciaux de trois fournisseurs différents, qui m'ont présenté leur modèle de régulateur le plus adapté à l'application du réseau :

- Bronkhorst - modèle *F201CV*
- Brooks (Serv' Instrumentation) – modèle *5850S*
- Burkert - modèle *8711*

Ces fournisseurs ont été choisis sur la base de leur notoriété, de la qualité de leurs appareils de mesure et de la possibilité de répondre à toutes les exigences préétablies pour l'application du réseau gaz. Ce choix ne s'est pas basé sur la recherche des meilleurs fournisseurs en débitmétrie, mais ceux avec lequel il sera possible de travailler sereinement sur le moyen voire le long terme. L'essentiel est donc de s'assurer d'une satisfaction sur la durée et de minimiser les risques.

De nombreux échanges avec ces fournisseurs ont permis d'établir un comparatif des spécificités techniques des modèles proposés (*II-1-3-5*).

La validation du modèle choisi est présentée dans la section *II-2-1*.

II-1-3-5 Comparatif de régulateurs de débits massiques à effet thermique

Tableau 2.3 : Comparatif des spécifications techniques de régulateurs de débit massique de marques différentes.

	BRONKHORST	SERV' INSTRUMENTATION (BROOKS)	BURKERT
Type et gamme	F201CV – 2 gammes : 2-100mL/min et 20mL-1L/min	5850S – 2 gammes : 1-100mL/min et 10mL/min-1L/min	8711 – MFC : 2 gammes : 2-100mL/min et 20mL/min-1L/min
Précision	0,8% mesure +/- 0,2 % P.E (Pleine Echelle)	0,7% mesure +/- 0,2% P.E	0,8% mesure +/- 0,3 % P.E
Stabilité	< 0,1% PE (en régulation)	< 0,5% mesure/an	NC
Linéarité	NC	NC	+/- 0,1 % P.E
Rangeabilité	50 :1 mesure et régulation	50 :1 mesure – 100 :1 régulation	50 :1 mesure et régulation
Reproductibilité / Répétabilité.	< 0,3 % mesure	+/- 0,25% mesure	+/- 0,1 % P.E
Temps de réponse	1 à 2 s	< 1 s	< 300ms
Signal de sortie analogique	0-5V	0-5V	0-5V
Communication numérique	RS232 – Interface Modbus prise RJ45	RS485	Non compatible avec pilotage sous <i>LabVIEW</i>
Alimentation	15 à 24VDC	15 à 28Vdc (ou +/- 15Vdc sur demande)	24VDC
Branchement électrique	connecteur Sub-D 9 broches	connecteur Sub-D 15 broches	connecteur Sub-D 15 broches
Consommation électrique	max 300 mA	24V – 140mA / 15V-185 mA	24V – 200 mA
Accessoires et options	Adaptateurs multiports RJ45 – RS232 + connecteurs	Câbles SUB-D15 pour alimentation et liaison RS485	Connecteurs SubD 15 pôles pour alimentation Adaptateur RS232 + connecteurs
	Pré-programmation des courbes spécifiques	convertisseur RS232/RS485 + logiciel	Logiciel de communication

	BRONKHORST	SERV' INSTRUMENTATION	BURKERT
Certificat d'étalonnage	oui	oui	oui
Commentaires	Mémorisation des courbes d'étalonnage pour 8 gaz, paramétrage et maintenance par liaison RS232, Régulation logique floue, auto-diagnostic interne, logiciels d'interface gratuits.	Mémorisation des courbes d'étalonnage pour 10 gaz, Interface numérique et analogique toujours disponible, Communication en RS232/RS485, Régulation à algorithme adaptatif, alarmes, logiciel <i>SMART DDE</i> pour intégration des débitmètres sous <i>LabVIEW</i>	Technologie CMOS-Sens, Algorithme de régulation PI, Mémorisation d'étalonnage pour deux gaz différents. Compatibilité électromagnétique
Maintenance	Maintenance de l'instrument par liaison RS232.	Assistance technique et disponibilité de pièces de rechange immédiates –	Périodicité d'étalonnage recommandée : 2 ans
Coût usuel / appareil (en €)	1120 (1160 pour CO2) – modbus intégrée	1266	946
Remise obtenue	20%	18%	10%
Coût / appareil (en €)	928,75 (960,75 pour CO2) – modbus intégrée	1043	860 (modèle analogique)
Prix total débitmètres (en €)	4675	5215	4300
Prix accessoires et options (en €)	580	153	600
	206	357	300
Port (en €)	50	50	20
Garantie	3 ans	1 an	1 an
PRIX TOTAL H.T (en €) :	5511	5785	5220

Tableau 2.3b : Suite du comparatif des spécifications techniques de régulateurs de débit massique de marques différentes

Remarque : le calcul du coût intègre un nombre de débitmètres égal à 5, choix final validé pour la conception du réseau (voir chapitre II-2-2).

II-1-3-6 Performances requises dans le choix de thermo-hygromètres

L'achat de deux thermo-hygromètres pour les développements souhaités sera soumis à la même démarche de comparaison de modèles, en analysant au préalable les besoins et les performances requises pour le choix de thermo-hygromètres, adaptés au réseau gaz.

Un thermo-hygromètre désigne un matériel électronique mesurant à la fois la température (généralement en °C) et l'humidité relative (en % du seuil de saturation).

Dans l'application du réseau gaz, une sonde thermo-hygrométrique devra être insérée dans un support en acier, intégré sur une canalisation de diamètre 6mm avant la sortie d'utilisation (*Fig.2.8*).



Figure 2.8: Support en acier pour sonde thermo-hygrométrique, avec un diamètre d'insertion de 22mm.

Cette sonde déportée sera reliée à un transmetteur, qui sera idéalement fixé sur la panoplie du réseau, et intégrera un affichage digital de la mesure instantanée de température et d'hygrométrie.

Ce transmetteur devra être muni d'une sortie analogique 0-5V ou 0-10V, pour être reliée au circuit d'interfaçage, et permettre ainsi la visualisation des valeurs sous *LabVIEW*. L'objectif est de connaître les valeurs de température et d'hygrométrie des gaz en sortie des débitmètres ainsi que les valeurs d'humidité et de température générées par les calibrateurs de vapeurs.

Un deuxième thermo-hygromètre sera utilisé pour contrôler l'environnement d'une chambre thermo-régulée, où des microcapteurs seront introduits pour des caractérisations à des fortes valeurs de températures et humidité (jusqu'à 80°C et 90%HR).

Les spécificités techniques des thermo-hygromètres les plus conséquentes pour cette application de réseau gaz sont : une large étendue de mesure, un rapport coût/précision satisfaisant, une sonde déportée adaptable au support, et une sortie de signal en tension.

En fonction de ces premières données, le type de thermo-hygromètre le plus adapté aux différents fluides et aux objectifs du réseau gaz est un **thermo-hygromètre à variation d'impédance**.

Un hygromètre à impédance variable est équipé d'un élément sensible constitué d'une substance hygroscopique dont on mesure les variations de propriété électrique en fonction de l'humidité ambiante. La teneur en eau des corps hygroscopiques varie en fonction de l'humidité relative de l'air avec lequel ils sont en équilibre. Pour réaliser un capteur d'humidité à partir de ce principe, il faut trouver des substances pour lesquelles la courbe de variation des propriétés électriques en fonction de la pression de vapeur (donc aussi de l'humidité relative) possède les qualités requises pour un instrument de mesure, à savoir stabilité dans le temps, réversibilité, linéarité, etc.

Parmi les hygromètres de ce type, on peut distinguer deux familles :

- les hygromètres résistifs
- les hygromètres capacitifs

Les différences de performances entre ces deux types sont peu significatives. Les hygromètres résistifs sont plus rares et ont un temps de réponse moins rapide qu'un hygromètre capacitif. Le choix se porte donc parmi ce dernier type d'hygromètres.

Le principe de base du fonctionnement d'un **hygromètre capacitif** est le suivant :

L'élément sensible de l'hygromètre est un condensateur dont le diélectrique est constitué d'une substance hygroscopique. Une couche d'un polymère diélectrique de quelques micromètres d'épaisseur absorbe les molécules d'eau contenues dans l'air ambiant jusqu'à l'équilibre avec l'air humide. Cela provoque une variation de la permittivité de la couche polymère et par conséquent une variation de la capacité du condensateur (*Fig.2.9*).

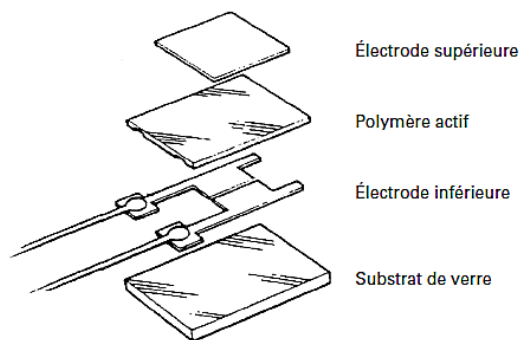


Figure 2.9 : Composants d'un capteur capacitif intégré à un hygromètre à variation d'impédance [39].

Dans la gamme des températures d'air de -30°C à $+80^{\circ}\text{C}$, les capteurs usuels permettent la mesure de l'humidité relative entre 5 et 100 %. Des versions industrielles existent jusqu'à $+100^{\circ}\text{C}$, voire au-delà, sous réserve de ne pas les utiliser au voisinage de la saturation. L'erreur de justesse annoncée par les constructeurs est de 1 à 4 % d'humidité relative. Le temps de réponse pour ces capteurs est généralement de quelques secondes.

Les avantages et les inconvénients de l'utilisation d'un hygromètre capacitif sont les suivants :

- Peu d'influence de la température sur la mesure de l'humidité relative.
- L'hygromètre capacitif peut fonctionner jusqu'à la saturation de l'élément sensible mais, dans certains cas, il y a des risques de dérive du capteur au-delà de 90 % (ce qui entraîne un changement de courbe de sorption), nécessitant un séchage du capteur afin qu'il retrouve la courbe initiale.
- Faible coût de l'élément sensible qui peut être changé facilement.
- Phénomène d'hystérésis lorsque l'on approche la grandeur à mesurer par valeur croissante ou décroissante (de 1 % à 2 % d'humidité relative selon les modèles).
- Risques de capacités parasites induites par les câbles, étant donné la faible capacité des éléments sensibles.

Comme pour les régulateurs de débit massique, un comparatif des spécifications techniques (*II-1-3-7*) a été effectué sur les thermo-hygromètres capacitifs de 3 fournisseurs :

- TESTO – Modèle 6651, sonde 6604
- VAISALA – Modèle HMT 100
- ELCOWA – Modèle COMET T0211

Ces fournisseurs ont été choisis sur base de leur notoriété et de la qualité de leurs appareils de mesure, mais également sur mon expérience professionnelle en matière d'étalonnage et de vérification de thermo-hygromètres dans un laboratoire de métrologie.

La validation du modèle choisi est présentée dans la section *II-2-1*.

II-1-3-7 Comparatif de thermo-hygromètres à variation d'impédance, de type capacitif

	TESTO	ELCOWA	VAISALA
Type de modèle et gamme	6651- 6604 Température : -20°C à + 80°C – Hygrométrie : 0 à 100%	COMET T0211. Température : -30 à + 105°C Hygrométrie : 0 à 100%	HMT100. Température : -40 à+ 80°C – Hygrométrie : 0 à 100%
Précision	+/- 1,7 %HR de 0 à 90%HR - +/- 0,2°C température	+/- 2,5% HR de 0 à 90%HR - +/- 0,4°C température	+/- 1%HR de 0 à 90%HR - +/- 0,2°C température
Capteur température	Pt100 classe A	Résistance Ni1000, 6180 ppm/°C.	
Capteur hygrométrie	capteur Testo avec auto-ajustement de l'humidité résiduelle	capacitif, polymère	Vaisala Humicap 180
Paramètres calculés	Point de rosée, humidité absolue et relative, Humidité spécifique, enthalpie spécifique	Point de rosée, humidité absolue et relative, Humidité spécifique, enthalpie spécifique	Point de rosée, humidité absolue et relative
Signal sortie analogique	0-5V	0-10V	0-5V ou 0-10V
Alimentation	20 à 30V, 200 mA max.	15 à 30V, 20 mA max.	12 à 35V, 12 mA max
Configuration sur PC - étalonnage et mise à l'échelle	oui	oui	en option
Sonde déportée	Tube de sonde réalisé en plastique ABS Diamètre 12mm Câble de 2m.	Sonde de gaine et immersion réalisée en acier inoxydable, Diamètre 18mm Câble de 2m.	Sonde interchangeable réalisée en chrome & aluminium, avec filtres et membranes de protection Diamètre 18,5mm Câble de 2m.
Certificat d'étalonnage	oui	oui	oui
Commentaires	Possibilité module ethernet et bus de terrain Profibus. Modification de paramètres, ajustements et messages sont enregistrées dans l'appareil avec indication des heures de fonctionnement. Possibilité de connecter facilement un kit d'étalonnage.	La sonde est protégée par un filtre en maille inox de 25 µm pour une utilisation en atmosphère chargée. Le circuit électronique à microprocesseur de cet instrument permet d'obtenir des performances intéressantes en matière de compensation thermique.	Précision et fiabilité de la technologie des capteurs HUMICAP de VAISALA. Excellente stabilité. Capteurs résistant à une condensation de 100%.
Coût appareil + sonde (en €)	546	360	947
options et/ou port (en €)	13,6	port & assurance : 40	option 1 : 67
Garantie	2 ans	2 ans	1 an
PRIX TOTAL H.T^(*) (en €)	1106	780	1961

Tableau 2.4 : Comparatif des spécifications techniques de thermo-hygromètres capacitifs de marques différentes. () : Prix total pour deux hygromètres.*

II-1-3-8 Optimisation du circuit d'interfaçage et du pilotage réseau

Les systèmes de conditionnement et de transmission des signaux s'effectuent grâce à une carte d'acquisition *National Instruments*, modèle *PCI NI 6025 E*. Un boîtier de connexion *SBC100* sert à brancher les entrées et sorties traitées par la carte d'acquisition, dont les caractéristiques sont :

- 16 entrées analogiques (dont 8 différentielles) – résolution 12bits – Fréquence d'échantillonnage : 200 kHz
- 2 sorties analogiques
- 32 entrées-sorties numériques (la sortie ayant pour état bas 0V et état haut 5V)

Un circuit imprimé réalisé en 2004 sert d'interface entre les connexions des électrovannes *Asco* et du thermo-hygromètre *Coreci* (non fonctionnel) et la carte d'acquisition *National Instruments*.

Ce circuit, alimenté en 24Vdc, peut commander jusqu'à 5 électrovannes et deux thermo-hygromètres 4-20 mA. Il est composé de relais *Hamlin HE3600* qui permet de piloter les électrovannes en 24V à partir des sorties numériques 0-5V du boîtier de connexion *SBC100*. Sont également positionnés deux convertisseurs courant-tension *RCV420*, basé sur le principe d'une boucle de courant, qui convertissent de manière linéaire des courants de 4-20mA en tension 0-5V, avec une précision de 0,1%.

L'emploi de thermo-hygromètres à sortie 0-5V ou 0-10V permettrait de s'affranchir de branchements sur le circuit d'interfaçage.

Le circuit devra, en outre, être placé dans un coffret de protection adapté.

II-1-4 Investissement matériel et prestations sous-traitées

. Matériels

- 5 Détendeurs *Air Liquide*, type *BD*, gamme : 1-8 bar.
- Clapets anti-retour *Air Liquide*, type *CHS4* : 7 pour le réseau 1 ligne ou 12 pour le réseau 2 lignes.
- 1 alimentation 24V, 2,5 A pour le circuit d'interfaçage et l'alimentation des débitmètres.
- 2 transmetteurs de température-humidité 0-10V.
- Manomètres 0-5 bar, suivant schéma 1 ou 2.

. Prestations sous-traitées

- Tuyauterie : Confection support platine aluminium selon les schémas des figures 2.4 et 2.5, ou d'un autre schéma basé sur des modifications plus récentes, réfection du local de stockage extérieur, raccordement des réseaux et tests d'étanchéité du système.

La durée de la dépose du support, de la réalisation du nouveau support, de la pose et du raccordement des réseaux, est estimée à une semaine d'intervention.

II-1-5 Estimation des coûts

Les coûts de modification du réseau gaz ont été estimés une première fois sans les devis des fournisseurs et sous traitants et présenté lors d'une réunion d'équipe.

Cette estimation reste approximative, étant soumise au choix du type de réseau, de l'utilisation des débitmètres et de la précision recherchée sur les mesures.

Elle intègre les deux propositions de réseaux à une ou deux lignes d'utilisation, ainsi que différentes options :

Option 1 : Achat de 5 débitmètres massiques numériques avec gamme de débits et pilotage adaptés.

Option 2 : Calibrage / étalonnage des débitmètres massiques : location d'un calibrateur de débit massique de référence ou prestations de calibrage / étalonnage dans un laboratoire de métrologie, sous réserve que les débitmètres actuels ne soient pas défectueux ou encrassés.

Options non chiffrées : Achat éventuel de détendeurs bouteille si les détendeurs en place ne fonctionnent pas de manière optimale – Coûts dus à la modification éventuelle de l'interface actuelle et/ou de son support pour l'installation de débitmètres supplémentaires.

	MATE-RIEL	OPTION 1	TUYAU-TERIE	OPTION 2	TOTAL SANS OPTIONS	TOTAL + OPTION 1	TOTAL + OPTION 2
RESEAU 1 LIGNE	1 700 €	5 200 €	2 300 €	2 000 €	4 000 €	9 200 €	6 000 €
RESEAU 2 LIGNES	1 700 €	8 500 €	2 600 €	3 500 €	4 300 €	13 200 €	7 800 €

Tableau 2.5 : Estimatif des coûts de réalisation du réseau gaz.

Remarque : Les propositions de réseaux une ou deux lignes ont initialement été présentées en incluant la disposition et l'achat de 6 clapets anti-retour pour les deux cas, alors que le réseau 2 lignes en présente 12 (Fig. 2.5). Cette erreur d'évaluation n'engendre pas de conséquences néfastes, grâce au modèle de réseau finalement conçu avec 6 clapets anti-retour (voir II-2-1), mais elle fait apparaître des coûts sous-estimés dans la colonne « Matériel » du tableau. Le coût supplémentaire est alors supérieur à 600 euros pour le réseau deux lignes.

II-2 Réalisation du réseau gaz

II-2-1 Validation de proposition et conception du réseau

Les propositions de réalisation du réseau gaz ont été analysées lors d'une réunion d'équipe afin de valider un modèle final. Le modèle choisi, le schéma du réseau (Fig.2.10), ainsi que les étapes de sa conception sont présentés dans cette section.

Les éléments communs des propositions (II-1-2-1) ont tous été validés. Le changement principal par rapport au descriptif concerne l'utilisation du gaz vecteur. La proposition faisait état d'un système de deux débitmètres massiques de gammes différentes placés en parallèle, pour une ligne à faible ou fort débit. Pour des raisons de simplicité de mise en œuvre, cette proposition a été abandonnée au profit d'une régulation de gaz vecteur contrôlée par l'intermédiaire d'un seul régulateur de débit massique, de gamme 0-1 L/min (D1).

Concernant les lignes d'utilisation, **le modèle de réseau à une ligne a été choisi.**

Il comprend un régulateur de débit massique pour chacun des gaz interférents (D2,D3,D4 et D5), mais compte tenu de la génération d'un débit unique de gaz vecteur, cette ligne d'utilisation comporte une seule voie de sortie de réseau. En fonction de ces nouvelles dispositions, le nombre de clapets anti-retour du réseau est défini à six : cinq sont positionnés en aval des régulateurs de débit, et un en aval de la vanne 2, qui sert à l'inertage de la ligne de réunion des gaz interférents.

Les propositions de réseau une ou deux ligne(s) faisaient état de l'emploi de 4 électrovannes : deux dédiées à la circulation des gaz vecteurs sur une ligne fort ou faible débit, et deux dédiées à la circulation des gaz étalons issus des calibrateurs, à faible ou fort débit.

Le nombre d'électrovannes du réseau gaz a été ramené à 3 et sont disposées de la manière suivante :

- l'électrovanne numérotée *E1* autorise la circulation d'un gaz vecteur sous débit contrôlé dans la ligne de mélange.
- l'électrovanne numérotée *E2* permet la circulation des excédents de gaz étalons issus des calibrateurs de vapeur vers une canalisation d'évent.
- l'électrovanne numérotée *E3* autorise la circulation des gaz étalons issus des calibrateurs de vapeur vers la ligne de mélange.

Une dernière modification apportée par rapport à la description initiale est l'incorporation de tés 6mm en inox avec bouchons, qui sont positionnés en aval des détendeurs des gaz interférents et permettent de prolonger le réseau pour d'éventuelles applications futures.

La confection du support platine en aluminium et de la réfection du local de stockage ont été confiées à la société *EMI (La Brède – Gironde)*, spécialisée dans la réalisation d'installation de mise en œuvre des fluides. Ces deux prestations ont été réalisées sous mon encadrement, en suivant scrupuleusement les descriptifs des propositions de modification de ligne (voir *II-1-2*), ainsi qu'un schéma de conception dimensionné (*annexe 1*).

Concernant la régulation de débit, l'acquisition de nouveaux débitmètres est la solution retenue.

Le nouveau réseau gaz est ainsi équipé de cinq régulateurs de débit massique numériques à effet thermique de marque *BROOKS (Serv'Instrumentation)*, modèle *5850TR*.

Le choix de ce fournisseur s'est imposé sur la base du tableau comparatif (*II-1-3-5*) et pour les raisons suivantes :

- Meilleure exactitude de mesure, répétabilité et rangeabilité en régulation.
- Simplicité de mise en œuvre du protocole de communication RS485.
- Intégration des débitmètres sous *LabVIEW* par transferts DDE.
- Assistance technique et disponibilités de pièces de rechange immédiates.

Concernant le choix de thermo-hygromètres capacitifs, l'acquisition de 2 appareils de marque *ELCOWA*, modèle *COMET T0211* est la solution retenue. Les modèles présentés dans le tableau comparatif (*II-1-3-7*) diffèrent principalement en termes d'exactitude de mesure et de coût.

Le thermo-hygromètre *ELCOWA* possède un excellent rapport qualité/prix et convient parfaitement aux applications de contrôle atmosphérique du réseau gaz.

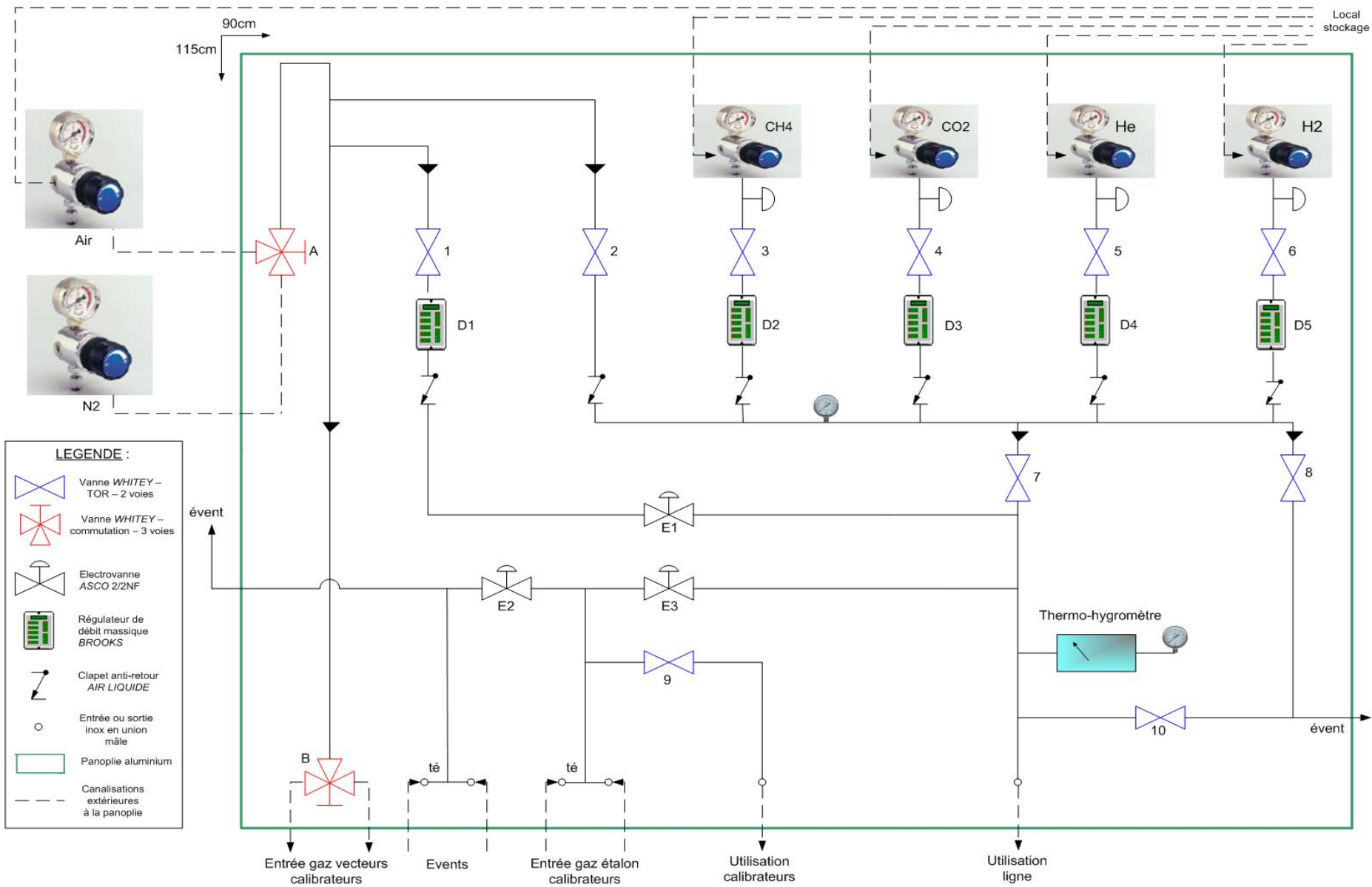


Figure 2.10 : Schéma du nouveau réseau gaz, installé en octobre 2009.

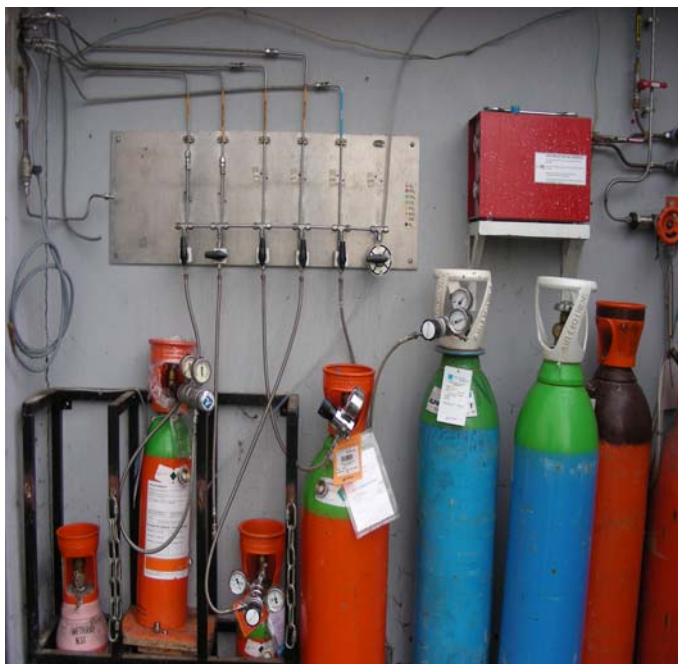
II-2-2 Réfection du local de stockage et description des bouteilles de gaz utilisées

La réfection du local de stockage s'est déroulée conformément au descriptif proposé (II-1-2-1). Les détendeurs bouteilles haute pression ont été contrôlés de la manière suivante :

- Vérification de la valeur du manomètre haute pression (proche de 180 bar)
- Tests d'étanchéité des détendeurs effectués par un réglage d'une pression de 4 bar, suivi d'un premier contrôle à l'aide d'un produit adapté (*Mille Bulles*), puis par une vérification de la valeur du manomètre basse pression deux semaines après le réglage (sans utilisation de la bouteille durant cette période).

Aucune anomalie n'a été constatée sur le fonctionnement de ces détendeurs.

Chaque bouteille de gaz est raccordée à une vanne de départ réseau par un flexible composé d'une gaine tressée en inox, d'un raccord union mâle 3/8 en sortie de détendeur, et d'un raccord union 6mm en entrée de vanne. La dépose des vannes pneumatiques et électrovannes, ainsi que le raccordement de canalisations a nécessité l'emploi de raccords union doubles, simple bague, en inox. Les cinq départs réseaux (dioxyde de carbone, méthane, hydrogène, hélium et air reconstitué) ont été étiquetés sur les canalisations correspondantes (*Fig.2.11 et 2.12*).



Figures 2.11 et 2.12 : Panoplie de détente du local de stockage après modification.

Les bouteilles de gaz actuellement disponibles pour le réseau gaz sont :

Air reconstitué, mélange azote/hydrogène, mélange azote/hélium et mélange azote/dioxyde de carbone.

Concernant l'air reconstitué, les bouteilles sont livrées avec une fiche produit qui donne des informations sur la garantie et la traçabilité, des conseils de sécurité ainsi que la date limite d'utilisation.

Concernant les mélanges de gaz, les bouteilles sont livrées avec un certificat, indiquant la composition du mélange, la taille de l'emballage, les informations de traçabilité, les paramètres de précision et la date limite d'utilisation. Les paramètres de précision, définis par *Air Liquide* et

déterminés en fonction de l'utilisation du mélange, sont l'écart de réalisation et l'incertitude (Fig.2.13).

- L'écart de réalisation est l'écart maximal entre la concentration nominale demandée et la concentration réalisée. Ce paramètre relève de la technologie de production.
- L'incertitude est l'écart maximal entre la concentration mesurée et la concentration vraie. Elle est donnée avec un intervalle de confiance de 95% (selon la norme ISO 6141). Ce paramètre reflète la technologie de mesure.

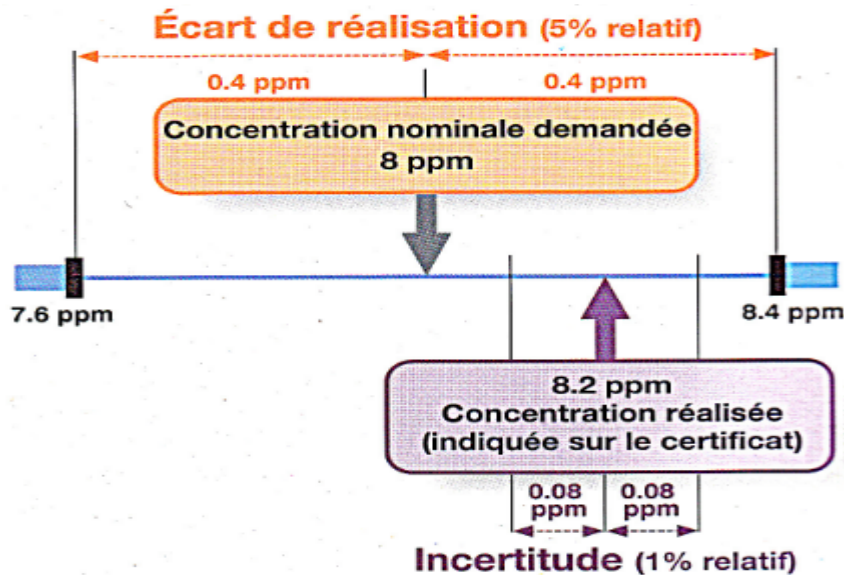


Figure 2.13 : Exemple de paramètres de précision d'un mélange de gaz d'une concentration nominale demandée de 8ppm.

Un mélange de gaz peut rester stable pendant 3 ans, en fonction de sa composition.

L'homogénéité du mélange est garantie pour les bouteilles stockées entre -10°C et +50°C, à l'abri de toute exposition directe au soleil, ce qui est le cas ici.

Les caractéristiques des bouteilles de gaz utilisées pour le réseau sont les suivantes :

- Mélange Dioxyde de carbone / Azote

Type bouteille : S05 (capacité en eau de 5L).

Quantité de gaz : 1m³.

Concentration nominale de CO₂ demandée : 5%-mol.

Ecart de réalisation : 5% relatif - Incertitude : 2% relatif (k=2).

Résultat : (4,98 +/- 0,10) Mol-%.

Date limite d'utilisation : 13/08/2012.

Certificat n° 9240050001.

- Mélange Hélium / Azote - 2 bouteilles disponibles (n° 13442 et 8556)

Type bouteille : S05 (capacité en eau de 5L).

Quantité de gaz : 1m³.

Concentration nominale d'He demandée : 5%-mol.

Ecart de réalisation : 5% relatif - Incertitude : 2% relatif (k=2).

Résultat bouteille n° 13442 (utilisée actuellement) : (4,917 +/- 0,098) Mol-%.

Date limite d'utilisation : 18/12/2011.

Certificat n° 9219347001.

Résultat bouteille n° 8556 : (4,950 +/- 0,099) Mol-%.

Date limite d'utilisation : 18/06/2012.

Certificat n° 9235731001.

- Mélange Hydrogène / Azote

Type bouteille : L50 (capacité en eau de 50L).

Quantité de gaz : 10m³.

Concentration nominale d'hydrogène demandée : 5%-mol.

Ecart de réalisation : 5% relatif - Incertitude : 2% relatif (k=2).

Résultat : (5,02 +/- 010) Mol-%.

Date limite d'utilisation : 24/07/2012.

Certificat n° 3045135001.

- Air reconstitué

Type bouteille : L50 (capacité en eau de 50L).

Quantité de gaz : 9,9m³.

Qualité de produit *Alphagaz*⁽¹⁾ 1, avec les caractéristiques de composition suivantes :

- . Oxygène : 20%-mol (+/- 1%-mol), Q.S N₂
- . Impuretés en eau H₂O < 3 ppm-mol
- . Impuretés en hydrocarbures C_nH_m < 0,5 ppm-mol

Date limite d'utilisation : 09/05/2013.

Fiche produit n° 3030727.

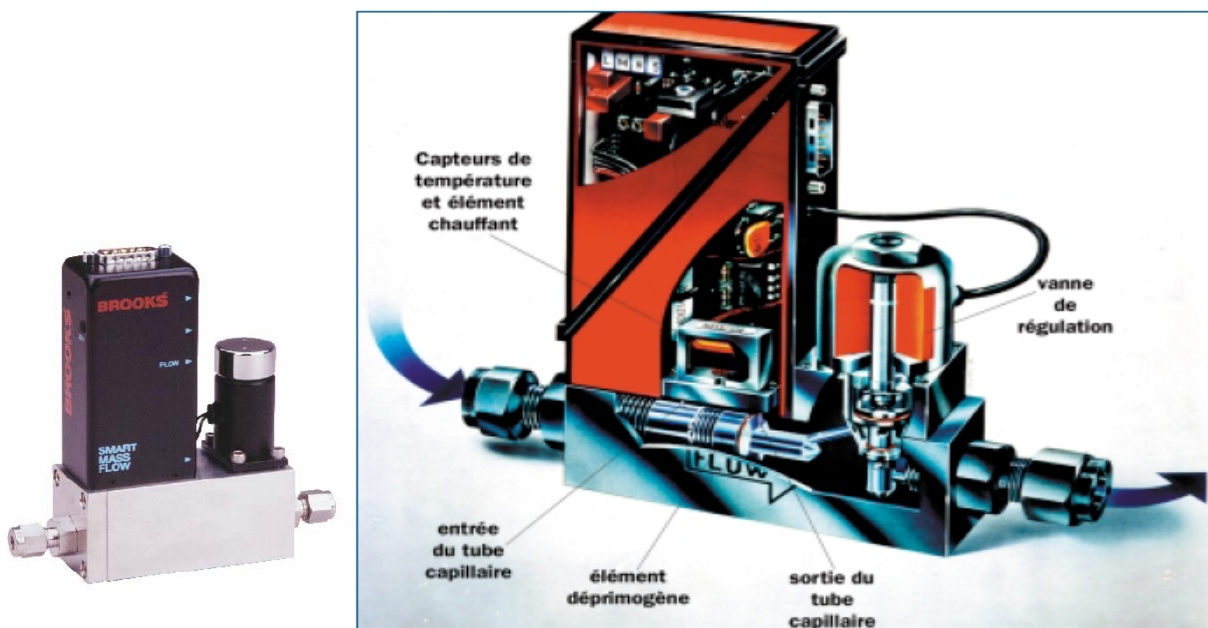
(1): Gamme de gaz pur avec deux niveaux de spécifications (*Alphagaz 1 et 2*), définissant un seuil maximal d'impuretés, homogène pour toute la gamme de produits.

II-2-3 Fonctionnement des principaux organes du réseau

II-2-3-1 Débitmètres massiques numériques

Les spécificités techniques du régulateur de débit massique effet thermique *Brooks* (Fig.2.14) ont été décrites dans le comparatif II-1-3-5, et le fonctionnement général d'un débitmètre massique à effet thermique a été mentionné en II-1-3-3.

Cette section présente certaines caractéristiques importantes des régulateurs de débit dans l'application du réseau gaz, ainsi que l'interfaçage des débitmètres à travers deux logiciels fournis par *Serv'Instrumentation*.



Figures 2.14 : Régulateur de débit massique Brooks, modèle 5850TR.

Les régulateurs de débit massique *Brooks* sont équipés d'une régulation à algorithme adaptatif offrant des performances stabilisées quelles que soient les variations de pression et température du procédé ainsi que des perturbations environnantes. La communication numérique des capteurs/régulateurs de débit massique exécute en continu des routines d'auto-diagnostic, et peut immédiatement détecter et prévenir un problème inhérent au procédé, à l'environnement ou à l'instrument lui-même. Ainsi des paramètres du procédé comme le débit, la température et les variables environnantes telles le capillaire, la vanne de régulation, et l'alimentation électrique peuvent être diagnostiqués en continu. Une situation complète de la gestion des alarmes peut être interfacée par la liaison numérique. De même, pour l'intégration de procédures de purges, la vanne de régulation peut être forcée à tout moment à l'ouverture ou à la fermeture, indépendamment du signal de consigne. Au travers de la communication numérique RS485, deux logiciels fournis par *Serv'Instrumentation* permettent l'interfaçage, le pilotage, la configuration et le diagnostic des régulateurs de débit massique.

Ce paragraphe décrit sommairement les principales applications de ces logiciels, installés sur le PC dédié au pilotage du réseau gaz.

- Le logiciel *Smart DDE (Dynamic Data Exchange)*, modèle 0162, permet la création de liens bi-directionnels entre les débitmètres *Brooks* et des applications fonctionnant sous environnement

Windows (Excel, Word, InTouch, TestPoint, LabVIEW, etc...). Les limites opérationnelles sont définies jusqu'à 9 ports COM et 32 régulateurs de débit massique en série.

Ce programme est une interface (aucune donnée ne pourra être visualisée directement) et utilise la mémoire partagée pour des échanges de données entre programmes d'application. Les différentes tâches programmées sur *Smart DDE* permettent notamment aux programmes d'application de :

- visualiser les mesures en temps réel
- contrôler, modifier et optimiser les données de configuration ou les paramètres opérationnels
- communiquer avec un périphérique d'un ordinateur distant
- configurer des alarmes et des routines de diagnostic en définissant des seuils de température, pression, débits et temporisations.

Les paramètres de configuration des régulateurs de débit massique sont accessibles en ouvrant le port de communication (*COM1*) et en sélectionnant le ou les régulateur(s) par leur numéro de série, disponible dans l'onglet *Control DMFC*. Les numéros de série des régulateurs (également mentionnés dans les certificats d'étalonnage) sont les suivants :

- RDM Azote / Air : 97431003
- RDM Azote / Hydrogène 5% : 97431036
- RDM Azote / CO₂ 5% : 97431053
- RDM Azote / Hélium 5% : 97431062
- RDM Azote / Méthane 5% : 97431074

- Le logiciel *Smart Control v.1.4* permet d'assurer, sous un environnement Windows, les fonctions d'interfaçage et de (re)configuration des régulateurs. Grâce à ce logiciel, le pilotage des régulateurs de débit massique peut également être réalisé très simplement de la manière suivante :

On sélectionne un régulateur par son numéro de série, le type de liaison (RS485) et le nombre de bauds de la ligne de communication (19200). L'appareil détecté apparaît alors dans une fenêtre, qui comporte la gamme du régulateur, deux barres graphiques représentant la consigne (*setpoint*) et le débit réel (*flow*), ainsi que la valeur du débit total (*totalizer*) (Fig.2.15).

La transition de ces informations, d'une couleur grise en couleur noire, annonce que le régulateur de débit massique est fonctionnel et en attente d'une consigne. On rentre alors une valeur de consigne en pourcentage de la pleine échelle, à l'aide d'une glissière sur la barre graphique ou, pour plus de précision, en indiquant directement la valeur dans une case de commande prévue à cet effet. Le débit réel est alors visualisé, ainsi que le débit total, qui s'incrémente durant le temps d'acquisition.

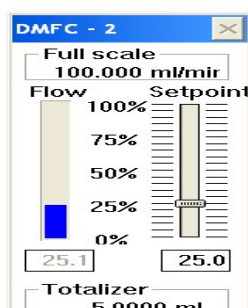


Figure 2.15: Pilotage simplifié d'un régulateur de débit massique Brooks, via le logiciel *Smart Control*.

Cette méthode peut constituer une alternative intéressante en cas de défaillance du logiciel *LabVIEW*, ou du programme de pilotage.

Smart Control permet également l'affichage d'informations générales (Fig.2.16) du régulateur sélectionné : état de fonctionnement, débit actuel, mesure de la température ambiante autour du capteur, données d'étalonnage (gaz utilisé, conditions d'étalonnage, facteur de conversion, linéarisation polynomiale du signal, etc...).

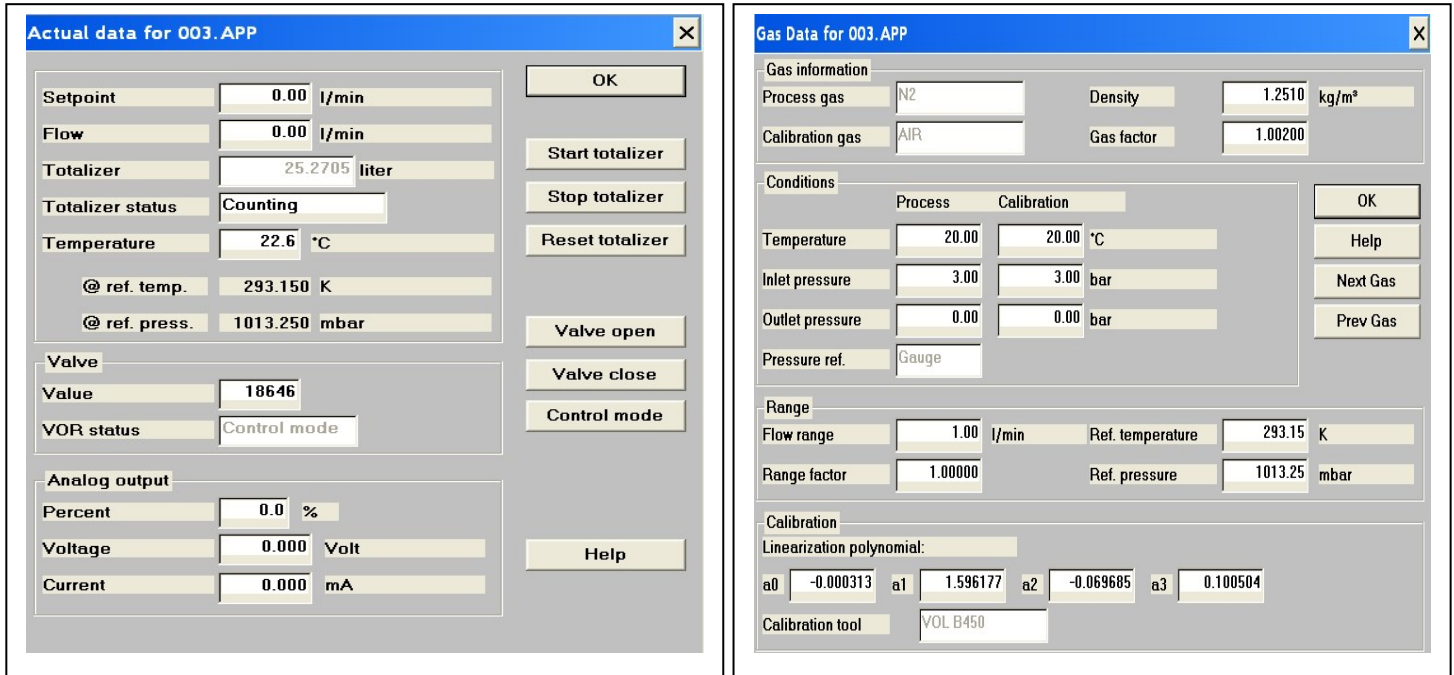


Figure 2.16 : Exemple d'informations disponibles sur un régulateur de débit massique, via le logiciel Smart Control.

Les changements de température mesurés en temps réel sont comparés en permanence aux valeurs mesurées dans les conditions d'étalonnage et permettent au régulateur de débit massique d'ajuster la valeur du débit en fonction de ces modifications. Ces données d'étalonnage, comme d'autres paramètres de régulation, ne sont pas modifiables par l'utilisateur.

D'autres en revanche peuvent être configurés ou re-configurés : seuils d'alarme, paramètres de régulation PID, rampes, passage du mode numérique en analogique (avec modifications à effectuer sur la carte électronique du régulateur), forçage de la vanne de régulation, offset, changement d'unités, etc.

Pour plus de détails sur ces fonctionnalités, l'utilisateur pourra se référer aux notices techniques disponibles (*Smart DDE* et *Smart Control*).

- Facteur de conversion

Si un régulateur de débit massique fonctionne avec un autre gaz que le gaz utilisé lors de l'étalonnage, un décalage d'échelle se produira dans le rapport entre le signal de sortie et le débit massique, en raison de la différence entre les capacités thermiques des deux gaz.

Il est possible de déterminer ce décalage d'échelle par deux méthodes :

en utilisant le rapport de la capacité thermique molaire des deux gaz aux conditions de température et de pression du procédé

en utilisant un facteur de conversion du nouveau gaz considéré.

L'application de cette deuxième méthode donne :

$$D_r = \frac{D_s}{F_e} F_{ng} \tag{Eq.2.3}$$

avec

D_r , le débit réel du gaz, D_s la lecture du débit de sortie, F_e le facteur de conversion du gaz d'étalonnage et F_{ng} le facteur de conversion du nouveau gaz utilisé.

Pour calculer le facteur de conversion pour un **mélange de n gaz**, on utilisera la formule suivante :

$$F_m = \frac{100}{\sum_1^n \frac{P_n}{F_{ng}}} \quad (\text{Eq.2.4})$$

avec

F_m le facteur de conversion pour un mélange de n gaz, P_n les pourcentages des n gaz du mélange et F_{ng} les facteurs de conversion de ces gaz.

Les facteurs de conversion de plus de 150 gaz sont donnés en annexe du manuel d'utilisation des régulateurs de débit massique du réseau gaz.

On admet généralement que le débit massique dérivé de cette équation n'est précis qu'à $\pm 5\%$.

La table des facteurs de conversion des gaz est disponible dans la notice technique du régulateur.

- Utilisation et maintenance des régulateurs de débit massique

Depuis leur montage sur la panoplie du réseau gaz, les régulateurs de débit massique sont restés alimentés en permanence, sauf les week-end et lors des périodes de congés, où l'alimentation est coupée.

Lors de la remise en route de l'alimentation, il faut attendre environ 45 minutes pour que les régulateurs aient le temps de se réchauffer et de stabiliser en température.

Avant d'utiliser un ou plusieurs régulateurs de débit massique, il faut s'assurer que la pression indiquée par le manomètre des détendeurs est au moins égale à 3 bar.

Pour les gaz interférents, la vanne d'arrêt *Whitey* (n°3, 4, 5 ou 6), située en aval des détendeurs, doit être ouverte, ainsi que la vanne n°7 de la ligne de mélange.

Pour les gaz vecteurs, la vanne d'arrêt n°1 doit être ouverte.

Les vannes d'inertage n°2 et n°8 doivent être fermées.

La sortie doit être fonctionnelle et la chambre de mesure du microcapteur doit être raccordée à la ligne d'évent.

Les fonctionnements des régulateurs, excepté celui dédié au mélange azote/méthane où la bouteille n'est pas encore disponible, ont été testés sous *Smart DDE*, *Smart Control* et *LabVIEW*.

Aucun dysfonctionnement notoire n'est à signaler. Les constats de vérification fournis avec les régulateurs mentionnent la conformité des appareils suivant les prescriptions constructeurs (voir *III-5-3-2*).

Les régulateurs de débit massique ne nécessitent aucun entretien de routine, à l'exception d'un nettoyage occasionnel d'un filtre standard, incorporé dans la canalisation à l'entrée du régulateur, pour prévenir le risque de pénétration de corps étrangers quelconques dans le capteur de débit ou dans la vanne de régulation. Ce filtre peut être nettoyé aux ultrasons, ou remplacé lors de l'étalonnage de l'appareil. La périodicité d'étalonnage recommandé pour ces régulateurs est de 3 ans. De manière générale, une gestion métrologique des cinq régulateurs de débit massique, comportant notamment la mise en place d'une fiche de vie et d'un suivi de dérive dans le temps des appareils, est fortement conseillée

II-2-3-2 Détendeurs basse pression de canalisations

Les détendeurs *Air Liquide*, type *BD*, modèle 25-8-5, sont des détendeurs simple détente basse pression à membrane, en laiton chromé (Fig.2.17 et 2.18). Ils sont conçus pour la mise en œuvre des gaz purs à l'exception des gaz corrosifs et de l'acétylène et sont destinés à la distribution des gaz purs en deuxième détente dans les laboratoires de contrôle et d'analyse, exigeant une régulation de pression très précise. La pression maximale d'entrée dans le réseau est de 25 bar, et la pression de sortie est réglable de 1 à 8 bar.



Figure 2.17 : Détendeur Air Liquide, type BD, équipé d'une vanne de réglage, d'un manomètre, de deux orifices d'entrée et de deux orifices de sortie (3/8 cylindrique femelle).

Nomenclature des composants du détendeur

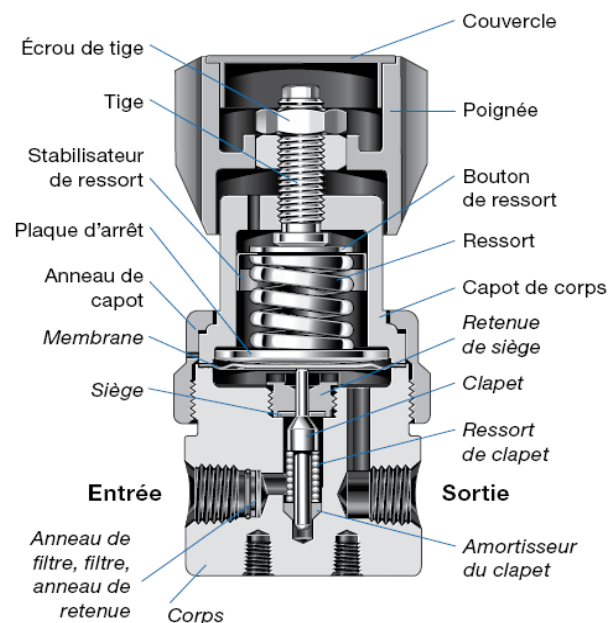


Figure 2.18 : Nomenclature des principaux composants d'un détendeur simple détente. Pour des raisons de simplification, ce schéma ne comporte qu'un orifice d'entrée et sortie [40].

- Principe de fonctionnement

Dans ce modèle de détendeur à simple détente, le gaz pénètre dans une chambre d'entrée par un filtre à mailles de 30 μm , maintenu dans l'orifice d'entrée par un anneau de retenue. Ce filtre peut être facilement retiré lors d'un nettoyage en cas de pollution du détendeur. La pression du gaz provenant de la première détente des bouteilles du local de stockage pousse un clapet en laiton chromé contre un siège de même matière, ce qui assure une étanchéité parfaite.

Le clapet est une pièce extrêmement importante pour ce type de détendeur. Il ressemble à un entonnoir inversé, avec une fine tige cylindrique qui s'étend de haut en bas. Un système d'amortisseur permet de le maintenir aligné et diminue les vibrations et les résonances en cas de débit important. Le clapet est précontraint par ressort et positionné verticalement dans le canal d'entrée ; son extrémité est en contact permanent avec une fine membrane en acier inoxydable.

Cette membrane, dont la flexibilité est vitale pour la performance du détendeur à long terme, est en liaison avec la chambre de sortie. Une plaque d'arrêt en acier inoxydable contribue à l'obtention d'une pression uniforme sur toute la surface de la membrane et permet d'empêcher une éventuelle rupture de celle-ci. Sur cette plaque s'appuie un ressort qui est écrasé par une tige de réglage de pression (*Fig.2.17*).

Lorsque la pression d'entrée augmente, la membrane fléchit vers le haut, entraînant le clapet vers le siège et diminuant l'effet d'augmentation de la pression d'entrée afin de permettre une pression de sortie régulière. Lorsque la pression d'entrée diminue, la force exercée sur la membrane diminue également, fléchissant cette dernière vers le bas, ce qui pousse le clapet loin du siège. Cette action provoque une augmentation de débit dans le détendeur, ce qui crée une pression de stabilisation à la sortie. Les mouvements du clapet et de la membrane sont ainsi combinés pour obtenir l'équilibre désiré.

Dans notre application, les régulateurs de débit massique *Brooks* fonctionnent avec une pression amont minimale de 3 bar et les cinq détendeurs installés ont été réglés à une pression identique. Le ressort des détendeurs est ainsi comprimé par la vis de réglage avec une pression pré-réglée et la membrane poussera le clapet de manière à permettre au gaz de pénétrer dans la chambre de sortie avec cette même pression. En observant le manomètre relié à la chambre de sortie, tout en faisant tourner le bouton de réglage du détendeur, la pression de sortie peut être modifiée à la valeur désirée.

- Utilisation des détendeurs en dynamique

Pour une première utilisation des détendeurs, après montage et contrôle d'étanchéité, il est important de respecter les règles suivantes :

- Effectuer une purge du départ réseau de la ligne utilisée dans le local de stockage, à l'aide de la vanne 3 voies et de la rampe de purge.
- Vérifier que la vanne de manœuvre du détendeur est desserré (sens inverse des aiguilles d'une montre) et que la vanne de la ligne sur le circuit de sortie (3, 4, 5, 6 ou A) est fermée.
- Ouvrir l'arrivée du gaz correspondant au détendeur, par l'intermédiaire de la vanne 3 voies du local de stockage.
- Tourner la vanne du détendeur dans le sens des aiguilles d'une montre jusqu'à ce que vous commenciez à sentir une résistance.
- A partir de ce moment, le détendeur est prêt à réguler la pression de service.
- Ouvrir la vanne de sortie.
- Régler le détendeur à la pression désirée.
- Pour arrêter le débit de gaz, tourner le volant dans le sens inverse des aiguilles d'une montre jusqu'à ce que vous n'éprouviez plus de résistance.

- Réglage des détendeurs en statique

Les détendeurs de canalisation sont tous réglés à une pression de 3 bar. Pour des applications particulières, il peut être utile d'abaisser cette valeur de pression.

Cette modification peut s'effectuer en mode dynamique en utilisant la vanne de réglage du détendeur, mais en mode statique, il est nécessaire de créer un courant de fuite. Pour ce faire, il suffit simplement de desserrer légèrement avec une clef à molette le bouchon du té en aval du

détendeur, de manière à laisser passer un faible débit. Le réglage de la pression peut alors s'effectuer sur la vanne de manœuvre.

- Maintenance des détendeurs

La périodicité de la vérification des détendeurs est essentiellement fonction de l'utilisation de l'appareil (intensive, normale ou occasionnelle). Ce travail exigeant un certain nombre de précautions, il doit être effectué exclusivement par les techniciens de maintenance d'*Air Liquide* ou leurs représentants agréés. Pour les applications du réseau gaz, une maintenance décennale est conseillée.

II-2-3-3 Clapets anti-retour

Le clapet anti-retour est un dispositif de sécurité qui permet la circulation du gaz dans un seul sens. Il convient aux gaz purs et industriels y compris l'oxygène à l'exception de l'acétylène, du tétrène, des gaz corrosifs et des gaz toxiques.

Placé en aval des cinq régulateurs de débit massique dans le réseau gaz du laboratoire, il protège les circuits amont contre des retours accidentels de gaz.

Les clapets anti-retour sont de marque *Air Liquide* et de modèle *CHS4*, construits en acier inoxydable et d'une longueur totale de 62mm. Ils sont adaptés aux faibles valeurs de débit ($< 1\text{m}^3/\text{h}$) et de pression générés ($< 5\text{bar}$) (*Fig.2.19*).



Figure 2.19 : Clapet anti-retour Air Liquide, modèle CHS4.

- Caractéristiques techniques

- Pression amont maximale : 413bar
- Pression nominale d'ouverture : 20mbar
- Coefficient de débit ⁽¹⁾ : $K_v = 0,58 \text{ m}^3/\text{h}$
- Température de fonctionnement : -20°C à $+50^\circ\text{C}$
- Pertes de charge pour un débit de 1L/min : $< 20 \text{ mbar}$

- Principe de fonctionnement

Un ressort veille à ce que le clapet se ferme par force mécanique en position repos. Sous l'influence des déplacements et de la différence des pressions, un risque d'extrusion existe mais il est fortement minimisé par l'utilisation d'un joint torique et d'une bague, logés dans le corps du clapet.

Lorsque le gaz passe au travers du clapet dans la direction de la flèche, le clapet est écarté du siège, de cette manière on libère le passage. Dans le sens contraire, le ressort et le gaz repoussent le clapet sur le siège et obturent le passage (*Fig.2.20*).

(1) : Le K_v est un coefficient expérimental qui caractérise la capacité en débit d'un composant. Il correspond à la valeur pratique du débit d'eau en m^3/h , pour une perte de charge de 1 bar, à passage totalement ouvert.

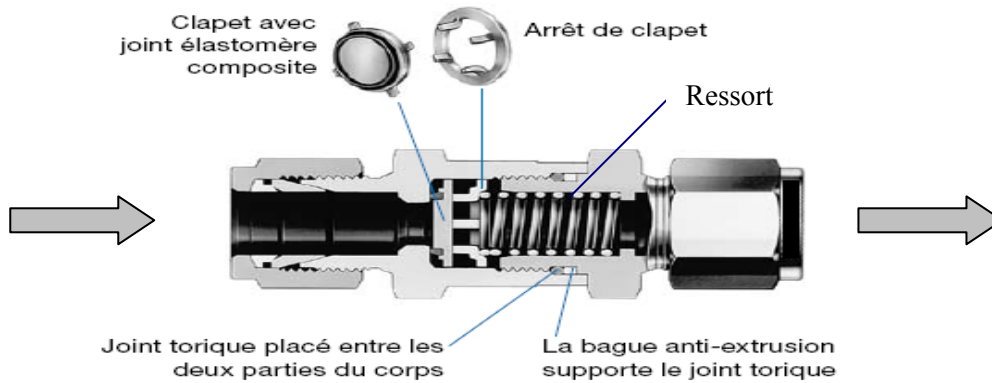


Figure 2.20 : Principaux composants du clapet anti-retour.

- Maintenance des clapets anti-retour

La périodicité de la vérification des clapets anti-retour est essentiellement fonction de l'utilisation du réseau gaz (intensive, normale ou occasionnelle). Ce travail exigeant un certain nombre de précautions, il doit être effectué exclusivement par les techniciens de maintenance d'*Air Liquide* ou leurs représentants agréés. Pour les applications du réseau gaz, une maintenance décennale est conseillée.

II-2-3-4 Vannes et électrovannes

Le réseau gaz est composé de 12 vannes à boisseau sphérique de marque *Whitey* (Fig.2.21). Elles servent à arrêter, modifier ou diriger le débit d'un gaz en milieu fermé (canalisation).

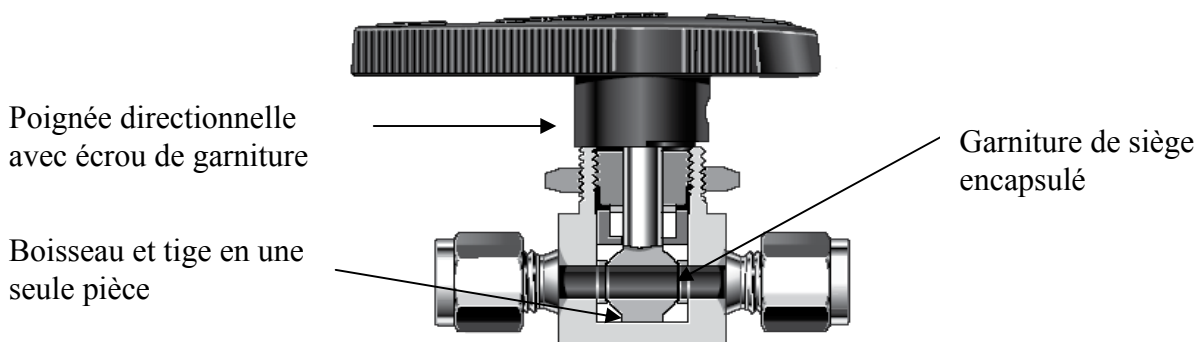


Figure 2.21 : Principaux composants d'une vanne à boisseau sphérique [41].

Dans les vannes à boisseau sphérique, le fluide s'écoule dans un sens indifférent. Le boisseau et la tige cylindrique en une seule pièce assurent l'alignement de la tige et de l'orifice. L'angle de rotation du boisseau, qui tourne autour de son axe central, détermine le débit de la vanne. La garniture de siège encapsulée est composée de PTFE et ne nécessite pas de pression du système pour être étanche. Elle n'a pratiquement aucun volume mort et permet un débit bidirectionnel et une commutation fiable.

Caractéristiques techniques

- Matière du corps de vanne : acier inoxydable

- Matériaux de garniture : PTFE modifié
- Pression de service : jusqu'à 172 bar
- Coefficient de débit : $0,05 < K_v < 2,04$
- Configuration de passage : Tout ou rien (2 voies) ou commutation (3 voies)

Parmi les 12 vannes du réseau gaz, 10 sont des vannes tout ou rien 2 voies (Fig. 2.20) et deux sont des vannes de commutation 3 voies (Fig.2.22).

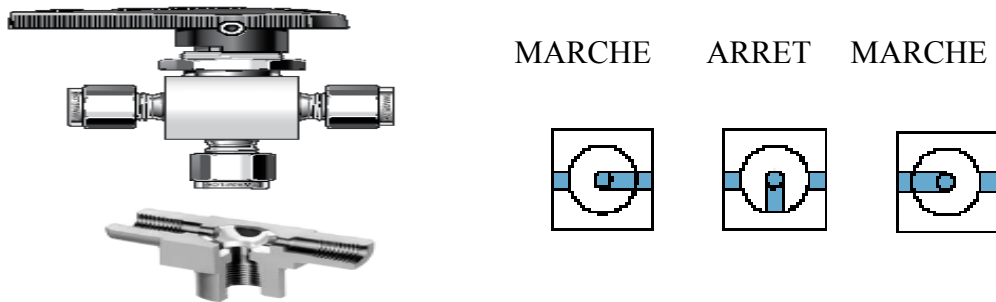


Figure 2.22: Vanne de commutation 3 voies [41].

Avec ce type de vanne 3 voies, le flux de gaz peut passer d'une seule entrée à plusieurs sorties ou de plusieurs entrées à une sortie commune.

La vanne 3 voies du réseau gaz numérotée A (Fig.2.9) permet de commuter de la ligne azote à la ligne air reconstitué (2 entrées), et dirige le flux gazeux vers une sortie commune.

La vanne 3 voies du réseau gaz numérotée B (Fig.2.9) permet de diriger le flux d'azote ou le flux d'air (une entrée) vers l'un ou l'autre des calibrateurs de vapeurs (2 sorties communes).

Toutes les vannes du réseau ont été contrôlées en étanchéité, en dirigeant un flux gazeux sur la vanne en position fermée, et en vérifiant l'absence de fuite en entrée et sortie de vanne, grâce à l'utilisation d'un détecteur de fuites (*Mille Bulles*).

Le réseau gaz est également composé de trois électrovannes tout ou rien et normalement fermées (NF), de marque *Asco* (Fig.2.23).

Commandées électriquement, elles permettent d'autoriser ou d'interrompre par une action mécanique la circulation d'un gaz dans le circuit. Les électrovannes dites « tout ou rien » sont des électrovannes soit ouvertes, soit fermées.

La mention *normalement fermée* indique que l'électrovanne ne laisse passer aucun flux gazeux au repos.



Figure 2.23: Electrovanne tout ou rien NF, de marque ASCO.

Description des principaux éléments d'une électrovanne tout ou rien

Les électrovannes utilisées dans le réseau gaz sont composées de deux parties élémentaires (Fig.2.24) :

- une tête magnétique constituée principalement d'une bobine, tube, culasse, bague de déphasage, ressort(s).
- un corps, comprenant des orifices de raccordement, obturés par un clapet.

L'ouverture et la fermeture de l'électrovanne sont liées à la position du noyau mobile qui est déplacé sous l'effet du champ magnétique engendré par la mise sous tension de la bobine.

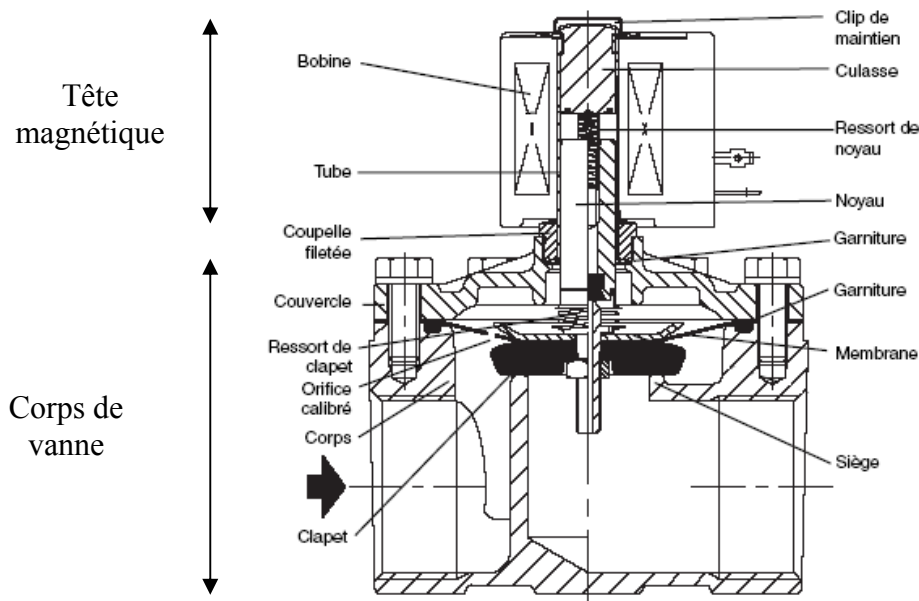


Figure 2.24 : Schéma des principaux composants d'une électrovanne tout ou rien de marque Asco [42]

La bobine, destinée à créer un champ magnétique, est constituée d'un cylindre de fils de cuivre enroulé et isolé. Elle est maintenue en position sur le tube par un clip de maintien.

Le clapet est muni d'une garniture d'étanchéité et a pour rôle de fermer l'orifice principal.

La culasse est une masse métallique située à l'extrémité du tube et permet d'améliorer le champ magnétique lors du fonctionnement.

Le noyau est un cylindre, de faible magnétisme résiduel, déplacé par la force électromagnétique.

L'orifice calibré assure la fermeture de l'électrovanne par une présence permanente de la pression d'entrée ou amont au-dessus de la membrane.

Le porte-clapet est la partie actionnée par le noyau mobile et comprenant le clapet.

Le ressort de clapet est monté sur le noyau et assure une fermeture positive du clapet.

Le ressort de noyau est un ressort de maintien en position du noyau mobile en l'absence d'alimentation de la bobine.

Le siège est la partie du corps de vanne où la garniture du clapet vient assurer l'étanchéité.

Le tube sert de guide au noyau mobile qui se déplace par la force électromagnétique générée par la bobine (en laiton ou acier inox).

Principe de fonctionnement des électrovannes NF du réseau gaz

La commande d'une électrovanne va transformer l'énergie magnétique créée par la tête magnétique en énergie mécanique.

Au repos l'électrovanne est fermée grâce au ressort qui pousse le noyau vers l'extérieur de la bobine. En amont des électrovannes, une pression non nulle est une première condition de fonctionnement, en permettant à la membrane de se mouvoir. Le gaz passe alors par l'orifice calibré et colle le clapet sur le passage de sortie (Fig.2.25).

En appliquant une tension de 24V et un courant de 300mA à la bobine située dans la tête magnétique, ce courant électrique circule dans le bobinage, créant ainsi un champ magnétique autour de la bobine. Sous l'effet du champ, le noyau situé à l'intérieur de la bobine se déplace dans le sens du champ pour créer une baisse de pression sur le dessus du clapet, qui va naturellement s'ouvrir et permettre ainsi le passage d'un gaz.

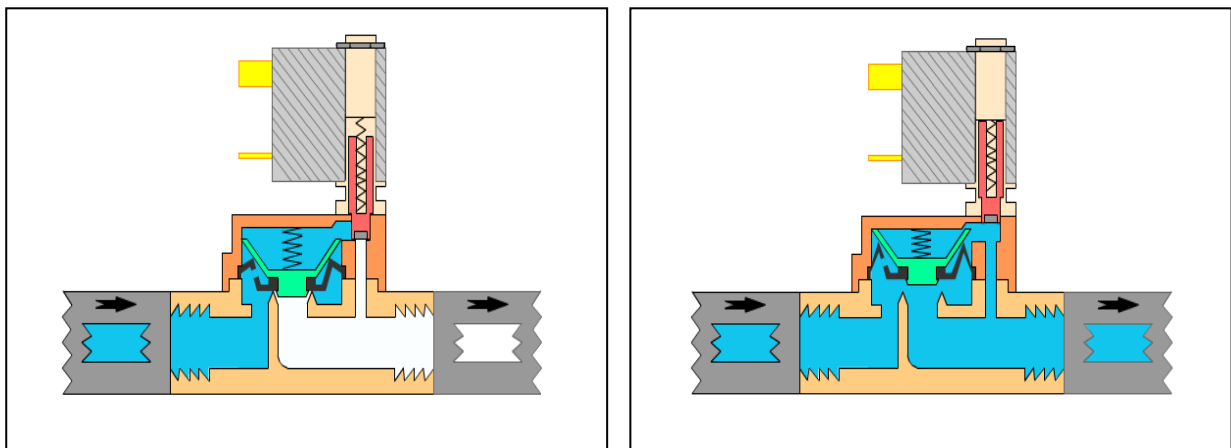


Figure 2.25 : Principe de fonctionnement d'une électrovanne [43]

Caractéristiques techniques et électriques des électrovannes Asco du réseau gaz :

- Tension standard de fonctionnement : 24Vdc
- Puissance nominale de la bobine : 7W
- Diamètre de passage : 1,6mm
- Coefficient de débit : $K_v = 1,3$ L/min.
- Pression différentielle admissible : 9 bar

Utilisation et maintenance des électrovannes du réseau gaz :

Sur le schéma 2.9 du réseau gaz, les trois électrovannes autorisent ou permettent la circulation de gaz vecteurs ou gaz étalons issus des calibrateurs, vers la ligne de mélange (E1 et E3) ou la ligne d'évent (E2). Les fiches des électrovannes sont connectées électriquement avec du câble souple $3 \times 0,75$ mm², fixé à l'arrière de la panoplie aluminium et raccordé vers le circuit d'interfaçage.

Les électrovannes sont alors directement pilotées via *LabVIEW*.

Pour vérifier le fonctionnement des électrovannes, il n'est pas nécessaire de les débrancher : un petit tournevis présenté au dessus de l'électroaimant sera attiré si l'électrovanne est sous tension.

En cas de défaillance d'une électrovanne, celle-ci pourra être remplacée facilement grâce à un stock disponible de 6 pièces de même modèle.

Un démontage périodique des électrovannes E2 et E3 peut être envisagé afin de procéder au nettoyage du corps qui peut être pollué par des dépôts calcaires, engendrés par la circulation de vapeurs.

II-2-3-5 Thermo-hygromètre et manomètres

Les transmetteurs d'hygrométrie et température *T0211* d'*Elcowa* sont destinés à la mesure de la température et de l'humidité de l'air ou de gaz non corrosifs.

Le circuit électronique à microprocesseur de cette génération d'instrument permet d'obtenir des performances intéressantes en matière de linéarité et de compensation thermique.

Les spécificités techniques de ces transmetteurs sont décrites dans le comparatif *II-1-3-7*.

- Installation et raccordement

La sonde de gaine et immersion réalisée en acier inoxydable, de longueur 700mm et de diamètre 18 mm, est protégée par un filtre en maille inox de 25 μ m pour utilisation en atmosphère chargée.

Elle est positionnée dans son support acier, de telle manière à pouvoir mesurer la température et l'humidité dans la ligne de mélange, juste avant la sortie du gaz ou du mélange de gaz.

Actuellement, l'étanchéité de la sonde dans le support en acier s'effectue par l'intermédiaire d'un joint souple, qui devra être remplacé par un joint torique adapté pour garantir une étanchéité maximale.

L'afficheur du transmetteur est monté directement sur la panoplie, au dessus de la sonde (*Fig.2.26*).

Un manomètre 0-5 bar est fixé en aval de la sonde sur la canalisation avec un raccord à portée plate cylindrique 3/8 – 6mm. Ce manomètre permet de vérifier que le gaz (ou mélange de gaz) avant la sortie d'utilisation est bien à pression atmosphérique (0 bar relatif).

Il est également utile lors de cycles de compression-détente pour l'inertage de la ligne de mélange à l'azote. Dans ce cas, pour éviter l'éjection de la sonde hors de son support, la pression ne devra pas dépasser 2 bar.



Figure 2.26 : Positionnement du thermo-hygromètre (sonde et afficheur), ainsi que le manomètre du réseau gaz.

Le bornier de raccordement électrique est accessible après dépose du couvercle retenu par 4 vis.

Les bornes sont du type à ressort et il suffit de faire levier avec un petit tournevis.

Les bornes *U_{dd}* et *GND* du transmetteur (*Fig. 2.26*) sont connectées électriquement avec du câble souple 3x0,75mm², fixé à l'arrière de la panoplie aluminium et raccordé vers une alimentation 24V 2,5A.

Le thermo-hygromètre possède également deux sorties 0-10V *U_{out1}* et *U_{out2}* (*Fig.2.27*), non utilisées actuellement, qui pourront être raccordées au boîtier de connexion *SBC 100* pour une acquisition sous *LabVIEW* (voir *III-4-3*).

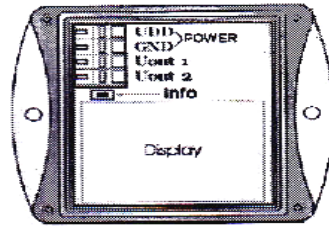


Figure 2.27 : Bornier de connexion pour le câblage du thermo-hygromètre.

- Paramètres de configuration

Les valeurs de température et humidité sont affichées sur un écran à deux lignes : la première affiche la température tandis que la deuxième est configurable sur un paramètre d'hygrométrie, ou encore en mode alternant l'affichage de l'humidité relative et d'un autre paramètre toutes les 4 secondes.

Les valeurs actuellement affichées sont la température (en °C) et l'humidité relative (%HR), qui est définie comme le rapport de la pression partielle de vapeur d'eau contenue dans l'air sur la pression de vapeur saturante (ou tension de vapeur) à la même température et pression. Elle est donc une mesure du rapport entre le contenu en vapeur d'eau de l'air et sa capacité maximale à en contenir dans ces conditions.

Il n'existe pas une unité de mesure unique pour quantifier une mesure d'humidité. Selon la gamme de mesure, l'application, la technique de mesure employée, ou encore les habitudes, on choisira plutôt de mesurer l'un ou l'autre des paramètres.

Les autres grandeurs d'humidité disponibles pour l'affichage du transmetteur sont :

- le rapport de mélange (en g/kg d'air sec) qui est le rapport de la masse de vapeur d'eau à la masse totale d'air sec (ou de gaz avec lequel la vapeur d'eau est associée).

Plage de mesure : 0 à 995 g/kg d'air sec

Précision : +/- 2 g/kg à température ambiante (< 35°C).

- l'humidité absolue qui est définie comme la masse de vapeur d'eau en kg par kg d'air sec. On peut également l'exprimer comme le rapport de la masse de vapeur d'eau en kg sur le volume d'air humide en m³, à la pression et la température considérées. Elle a alors la dimension d'une masse volumique (en g/m³)⁽¹⁾

Plage de mesure : 0 à 400 g/m³

Précision : +/- 3 g/m³ à température ambiante (<40°C).

- la température du point de rosée (°C) est la température à laquelle la pression partielle de vapeur d'eau est égale à sa pression de vapeur saturante. Si la température ambiante est inférieure au point de rosée, il y a condensation.

Plage de mesure : -60°C à +80°C – Résolution : 0,1°C

Précision : +/- 1,5°C à 25°C et 30%HR

- l'enthalpie spécifique (en kJ/kg) : indique la quantité de chaleur emmagasinée dans l'air humide. Ce paramètre est important dans le calcul des puissances de refroidissement et de chauffe.

Plage de mesure : 0 à 995 kJ/kg

Précision : +/- 3 kJ/kg à température ambiante (< 25°C).

(1) : Lors de l'utilisation du calibrateur de vapeur (voir IV-3-1-4), l'humidité absolue sera exprimée en mg/m³ mais elle sera exprimée en kg de vapeur d'eau par kg d'air sec lors de l'analyse thermodynamique du système (annexe 4).

Le rapport de mélange et l'enthalpie spécifique sont dépendants de la pression atmosphérique et calculées en employant une constante stockée en mémoire (1013 hPa par défaut).

Tout paramètre (humidité relative, température, paramètre calculé) peut être assigné à l'une ou l'autre sortie 0-10V, y compris deux fois le même paramètre. Les paramètres sont configurables depuis un PC via un adaptateur USB optionnel.

- Gestion métrologique des transmetteurs

L'étalonnage des deux transmetteurs (l'un utilisé actuellement sur le réseau gaz, et l'autre destiné au contrôle d'une future chambre thermo-régulée) est basé sur une méthode de comparaison à un instrument de référence raccordé aux étalons du *CMI* (Institut Métrologique Tchèque). Les certificats d'étalonnage des deux transmetteurs mentionnent un étalonnage réalisé en une valeur d'hygrométrie (50,3%) et une valeur de température (23,03°C).

Pour ces deux points, les incertitudes absolues de l'étalonnage, correspondant à deux incertitudes types, sont respectivement de 1,3% HR et 0,24°C. Le fournisseur *Elcowa* mentionne un niveau d'exactitude forcément dégradé sur les spécifications techniques des transmetteurs : +/- 2,5% HR de 0 à 90%HR en hygrométrie et +/- 0,4°C température.

Les applications du réseau nécessitant une large étendue de mesure en hygrométrie, il est recommandé d'effectuer un étalonnage annuel des deux transmetteurs dans un laboratoire de métrologie accrédité. Les valeurs d'étalonnage suivantes peuvent être définies pour l'hygrométrie : 10%HR, 30%HR, 50%HR, 70%HR et 90%HR. Une correction à appliquer sur la valeur de mesure hygrométrique pourra ainsi être déterminée par interpolation linéaire, avec une incertitude-type calculée selon la loi de composition des variances.

De manière générale, une gestion métrologique des deux transmetteurs, comportant notamment la mise en place d'une fiche de vie et d'un suivi de dérive dans le temps des appareils, est fortement conseillée.

CHAPITRE III – PILOTAGE DU RESEAU GAZ

III-1 Réalisation du circuit d'interfaçage pour le pilotage des électrovannes

III-1-1 Nécessité de conception d'un nouveau circuit

Les essais de fonctionnement du précédent circuit d'interfaçage ont entraîné la mise hors d'usage d'un relais électromécanique *Hamlin*, nécessaire au pilotage d'une électrovanne.

L'absence de diode interne du relais (appelée *diode de roue libre*), permettant notamment de protéger à la fois la bobine du relais et le circuit de commande d'une surtension, est probablement la cause de ce dysfonctionnement. Cette surtension, qui peut atteindre quelques dizaines de volts, a provoqué un endommagement de la carte d'acquisition *National Instruments*, qui a dû être envoyée en réparation, dans une société située en Hongrie. L'immobilisation de la carte d'acquisition a duré plus de trois semaines, pendant lesquelles les essais de pilotage ont été interrompus.

Afin d'éviter ce type de problème, un nouveau circuit d'interfaçage a été réalisé en apportant une sécurité supplémentaire concernant la protection du circuit de commande de la carte d'acquisition, des bobines du relais et des électrovannes contre les pics de tension des commutations d'état. La conception du nouveau circuit est fortement liée à l'étude du choix du type de relais à mettre en œuvre pour le pilotage des électrovannes. Le principe général de fonctionnement d'un relais électromécanique et les caractéristiques techniques adaptées à l'application de pilotage sont donc développés dans cette section.

III-1-2 Principe de fonctionnement d'un relais

Un relais est un appareil dans lequel un phénomène électrique (courant ou tension) contrôle la commutation On/Off d'un élément mécanique (relais électromécanique) ou d'un élément électronique (relais statique). Il peut être assimilé à un interrupteur que l'on peut actionner à distance. La fonction première des relais est le plus souvent de séparer les circuits de commandes des circuits de puissances à des fins d'isolement et bien souvent d'amplification des tensions et des courants. Le pilotage d'électrovannes nécessite l'emploi de relais électromécaniques, qui sont dotés d'un bobinage en guise d'organe de commande. La tension appliquée à ce bobinage crée un courant qui produit un champ électromagnétique à l'extrémité de la bobine (principe d'un électro-aimant). Ce champ magnétique peut ainsi mouvoir un élément mécanique métallique monté sur un axe mobile (palette), qui déplacera alors des contacts mécaniques (*Fig.3.1*). Quand le courant ne circule plus dans la bobine, les contacts reprennent leur position de repos, grâce à un ressort de rappel.

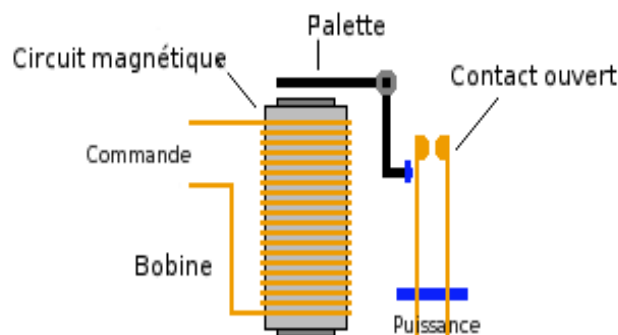


Figure 3.1 : Schéma d'un relais électromécanique.

III-1-3 Caractéristiques techniques d'un relais électromécanique

Cette section résume les points techniques importants à prendre en compte pour le choix d'un relais électromécanique.

- Caractéristiques générales

- Courant de consommation (courant consommé par la bobine donc courant de commande)
- Tension d'enclenchement et de déclenchement (tension à partir de laquelle le relais ferme ou ouvre ses contacts)
- Tension nominale d'alimentation de la bobine du relais
- Pouvoir de coupure (aptitude à interrompre un courant ou une tension de court-circuit)
- Tension et courant de commutation
- Rigidité diélectrique bobine-contacts (tension que l'on peut appliquer entre les contacts et la bobine sans risque d'arc électrique)
- Durée de vie mécanique : nombre de manœuvres garanties par le constructeur

- Principaux avantages du relais électromécanique

- Capacité de commuter aussi bien des signaux continus qu'alternatifs sur une large gamme de fréquences.
- Fonctionnement avec une dynamique considérable du signal commuté.
- Aucun ajout de bruit ou de distorsion.
- Très grande isolation entre le circuit de commande (bobine) et le circuit commuté (contacts).

- Principaux inconvénients du relais électromécanique

- Élément de commande possédant une composante inductive non négligeable, provoquant une surtension importante lorsque le courant circulant dans la bobine est interrompu (loi de Lenz). Ce qui impose au minimum l'emploi d'un composant de protection (une diode par exemple) pour protéger le circuit de commande si ce dernier est de type électronique.
- Présence de rebonds lors des commutations, le passage de l'état *ON* à l'état *OFF* (ou inversement) n'est pas « net » (même phénomène de rebonds mécaniques que l'on observe dans les interrupteurs). Le nombre de rebonds (et donc la rapidité de la mise en contact franc) dépend du courant de commande circulant dans la bobine. Le nombre de rebonds est en effet plus important quand ce courant de commande est bien inférieur ou bien supérieur à la valeur de courant nominal spécifiée par le fabricant.
- Durée de vie « faible » si le nombre de commutations est important (fatigue des contacts et du ressort de rappel, qui peut se « ramollir » ou même casser).

III-1-4 Choix des relais adaptés à l'application de pilotage

L'alimentation des relais se fera par l'intermédiaire du boîtier de connexion *SBC100* relié à la carte d'acquisition *National Instruments*, qui peut fournir une tension de commande de 5Vdc.

La tension nominale d'alimentation de la bobine du relais sera donc de 5Vdc.

Le relais devra commuter une tension minimale de 24Vdc, et un courant minimal de 300 mA.

Les électrovannes ne doivent pas consommer plus que la puissance maximale pouvant être commutée par les relais. La puissance nominale de la bobine des électrovannes étant de 7W, la puissance de commutation des relais sera donc supérieure à 7W. Le relais devra en outre être équipé d'une diode interne, assurant la protection contre les surtensions dans la bobine du relais.

Un relais répondant aux principaux critères d'application énoncés ci-dessus est disponible au laboratoire IMS. Il s'agit du relais *CP Clare 15005B* à diode interne de protection (Fig.3.2).

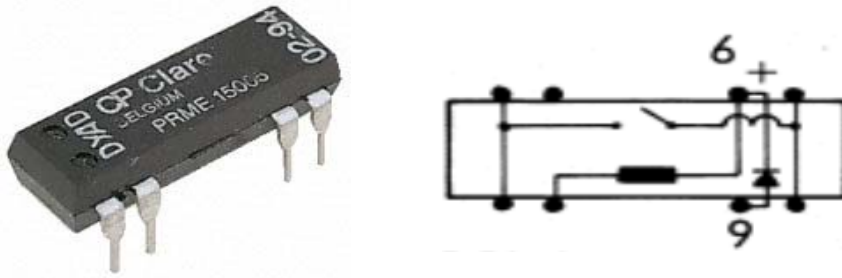


Figure 3.2 : Photo et schéma du relais *CP Clare 15005B*, type *REED*, à diode interne de protection.

Ce relais rentre dans la famille des relais *REED* : il s'agit d'une ampoule *ILS* (Interrupteur à Lame Souple) qui comporte dans une ampoule de verre allongée, deux contacts métalliques qui se touchent quand ils sont soumis à un champ magnétique suffisant.

Ce type de relais convient parfaitement pour des faibles besoins en courant, et pour des applications efficaces d'isolement électrique. L'ampoule est intégrée dans un boîtier plastique étanche de type *DYAD*.

Les caractéristiques techniques de ce relais sont les suivantes :

- Configuration de contact : 1 contact normalement ouvert
- Tension nominale d'alimentation de la bobine : 5Vdc
- Tension et courant de commutation maximum : 200Vdc et 500 mA
- Résistance de bobine : 380Ω
- Puissance de commutation : 10W
- Tensions d'enclenchement et de déclenchement des contacts : 3,5V et 1V
- Pouvoir de coupure : 500 mA max / 100 Vdc max / 8 VA max
- Résistance des contacts : 0,2 ohm max quand le relais est neuf, 1 ohm en fin de vie (mesure à 100 mA)
- Résistance d'isolement : 10000 MΩ entre contacts ouverts et entre contacts et bobine

La diode interne dite de *roue libre* du relais court-circuite les surtensions qui se produisent lorsque la bobine n'est plus alimentée. La diode est branchée en parallèle de la bobine avec la cathode branchée sur le + et l'anode branchée sur le -. De cette façon, la diode devient passante lors de la coupure de l'alimentation de la bobine, vu que la tension d'induction de la bobine est opposée à la tension normale d'alimentation.

III-1-5 Conception du circuit d'interfaçage

Le nouveau circuit d'interfaçage a été conçu sur une plaque d'essai pastillée en bakélite.

Le thermo-hygromètre *Coreci* à sortie 4-20 mA étant remplacé par un thermo-hygromètre *Elcowa* à sortie 0-10V, la présence de convertisseurs courant/tension du circuit n'est plus nécessaire dans le circuit.

Celui-ci comprend un connecteur 8 broches et deux connecteurs 4 broches, sur lesquels sont câblés les différents fils de liaison afférents :

- à l'alimentation 24Vdc (*Alim.+24V et Alim. Gnd (0V)*)
- au circuit de commande (*COM.+5V et Masse COM.*)
- aux électrovannes (*E1A/E1B – E2A/E2B et E3A/E3B*)

Comme pour les relais, les bobines des électrovannes sont protégées des surtensions par l'ajout de diodes de protection (référence *IN4004*), placées en parallèle de la commande des électrovannes (*Fig.3.3*).

Les caractéristiques techniques de ces diodes sont :

- Tension et intensité maximale en sens passant : 1,1V et 1A
- Tension maximale en sens bloqué : 400V
- Courant de fuite en sens bloqué : 30 μ A

Les trois relais à diode de protection *CP Clare 15005B*, permettant de piloter les trois électrovannes du réseau gaz, ont été placés de manière à respecter la polarité de la diode interne du relais lors des connexions du circuit de commande.

La continuité des bandes de cuivre liant chaque colonne de pastilles a été interrompue entre les pattes de fixation des relais, dans le sens longitudinal, afin d'éviter un court-circuit.

Enfin, une optimisation de l'immunité du circuit aux parasites électriques nécessite l'équipotentialité de toutes les masses du système. Un maximum de masses a donc été relié sur le circuit, sur tous les endroits du circuit où il était possible de le faire. Ce maillage de masses est appelé *boucle entre masses* dans la légende du schéma du circuit d'interfaçage (*Fig.3.4*).

Le circuit d'interfaçage, fonctionnant régulièrement depuis sa mise en place, n'a montré à ce jour aucun dysfonctionnement particulier.

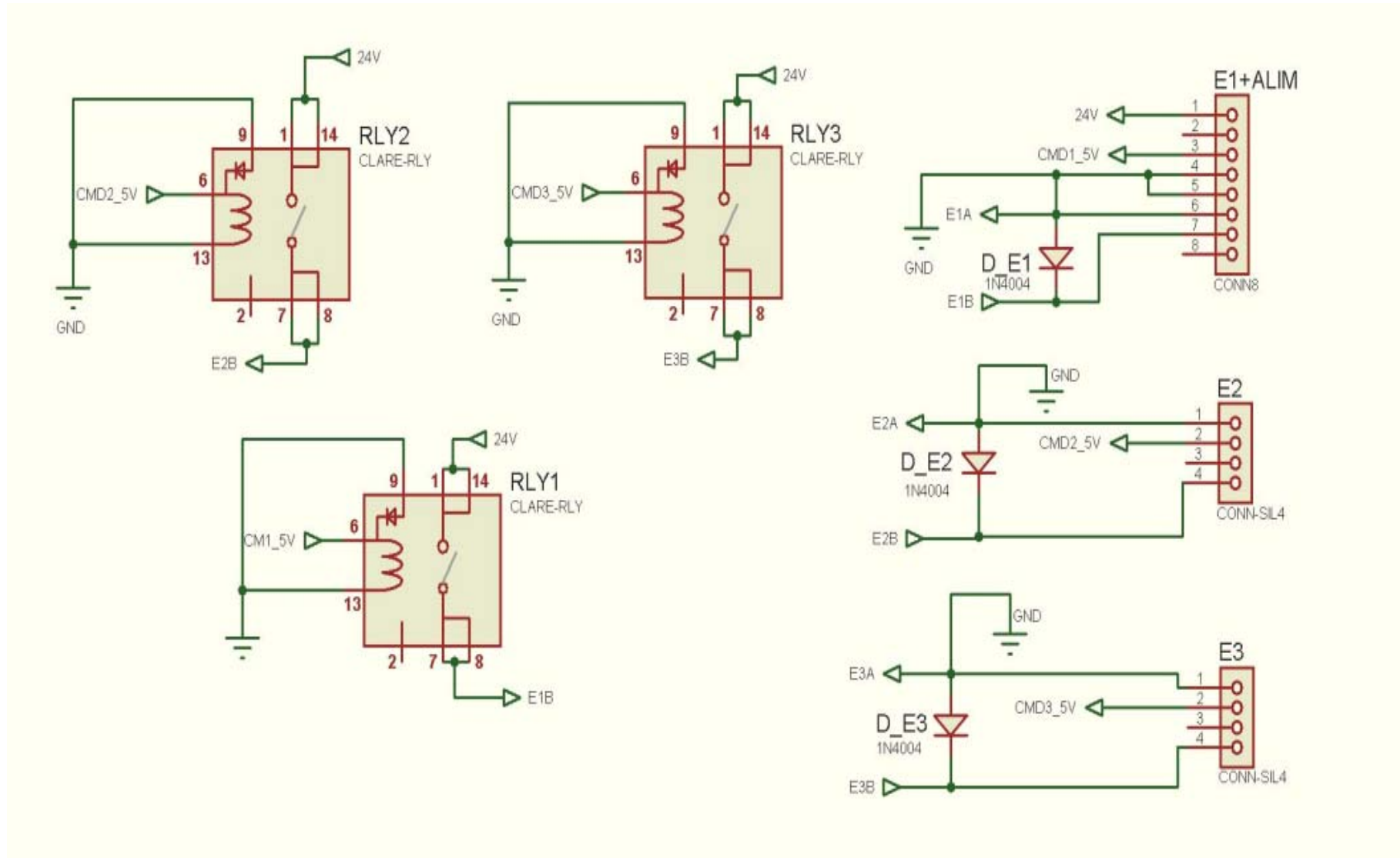


Figure 3.3 : Schéma électrique du circuit d'interface

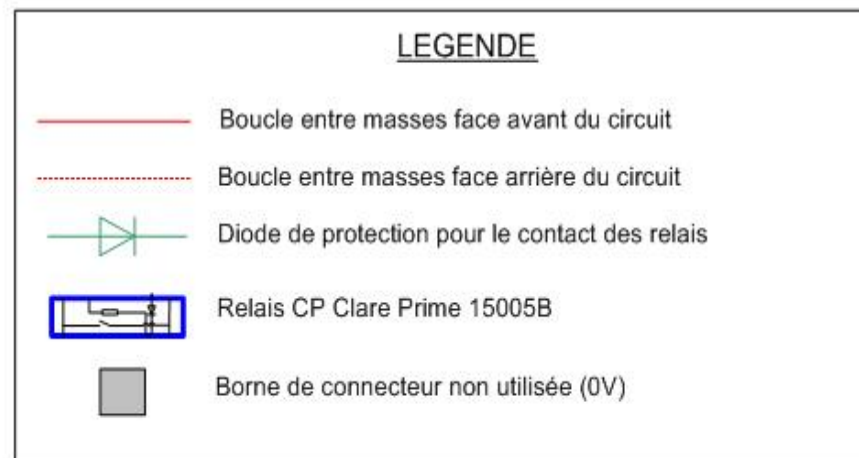
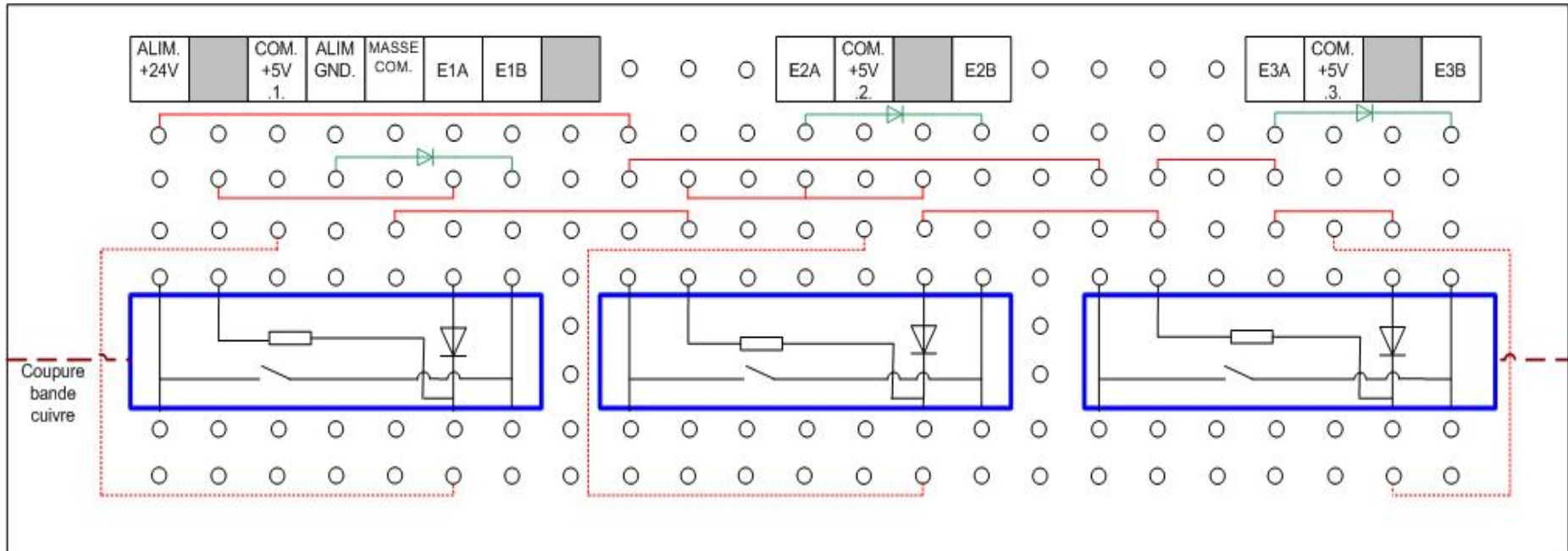


Figure 3.4 : Schéma fonctionnel du circuit d'interfaçage, réalisé sur une plaquette d'essai.

III-2 Alimentation électrique et liaison RS232/RS485

La fiabilité d'une alimentation est capitale pour assurer la disponibilité des différents éléments de l'installation du réseau gaz, et garantir un fonctionnement sûr des appareils qui seront alimentés : régulateurs de débit massique (24V/140mA), thermo-hygromètres (24V/20mA), électrovannes (24V/300mA), et convertisseur RS485/RS232 (24V/20mA).

La société *Serv'Instrumentation* m'a recommandé un modèle d'alimentation qu'ils utilisent depuis plusieurs années, et qui, après étude, s'avère adapté aux applications du réseau gaz. Le courant de sortie de l'alimentation (2,5A) a été choisi en fonction de la consommation électrique des appareils actuels, avec une marge de 800 mA pour d'éventuels ajouts d'appareils de faible consommation.

Le modèle choisi est une **alimentation à découpage** primaire, de marque ABB, type CP-E 24V/2,5A (Fig.3.5). Ce type d'alimentation, à base d'électronique de puissance, ☺ permet de fournir à un dispositif électrotechnique qui consomme de quelques watts à plusieurs centaines de watts, une tension continue parfaitement stabilisée et maintenue constante malgré les fluctuations de la source (le réseau) et de la charge. Une alimentation à découpage présente deux avantages notables par rapport à une alimentation « classique » : son rendement est meilleur et la dissipation thermique réduite.

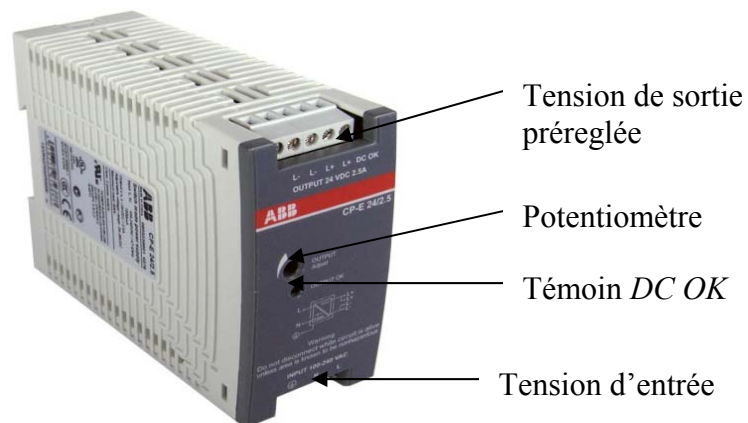


Figure 3.5 : Alimentation à découpage primaire ABB, type CP-E 24V- 2,5A.

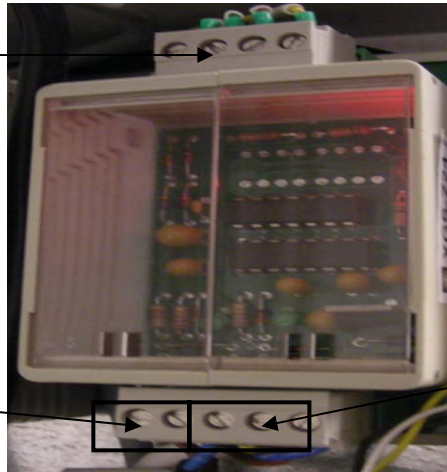
Principales caractéristiques techniques :

- Dimensions (largeur-hauteur-profondeur) : 43,5 x 88,5 x 115 mm
- Tension d'alimentation et consommation : 100 à 240 Vca - 620 mA
- Tension de sortie : 24Vdc +/- 1%, réglable jusqu'à 28V
- Courant de sortie : 2,5A
- Rendement : >89%
- Protection et homologations : IP20 - UL 60950, UL 1310, cULus 508, GOST, CCC, etc.

La liaison RS485/RS232 est assurée par un convertisseur, de marque *Schneider* et de type *XGS Z24* (Fig.3.6). Ce convertisseur, utilisant des borniers à vis, se monte sur un rail *DIN* et possède un bornier 4 broches pour le raccordement de la liaison R485 des régulateurs de débit massique, ainsi qu'un bornier 5 broches pour le raccordement de l'alimentation et la liaison RS232 vers le PC. Un voyant en façade permet de voir si l'appareil communique. L'alimentation du convertisseur est de 24Vdc/20mA et la vitesse de communication est de 19,2 Kbit/s.

Raccordement RS485.

De gauche à droite :
RS285A, RS285B, 0V, 24V.



Alimentation +24V / 0V.

Raccordement RS232.

De gauche à droite :
Gnd, Rd, Td.

Figure 3.6 : Convertisseur RS485/RS232, de marque Schneider, type XGS-Z24.

L'alimentation à découpage, le convertisseur RS485/RS232 et le circuit d'interfaçage ont été montés sur des rails *DIN* 7,5mm, et fixés sur une platine de montage intégrée dans un coffret en polycarbonate.

Ce coffret mural, de dimensions (180x180x125mm) et commandé chez *Radiospares*, a été fixé sur le côté gauche de la hotte aspirante de la salle réseau gaz, de manière à minimiser les longueurs de connexions filaires entre la panoplie du réseau et le PC.

Il est équipé de joints d'étanchéité en caoutchouc PTFE et les couvercles sont fixés par des vis captives en polyamide. Des presse-étoupes ont été insérées dans les entrées pré-découpées du coffret pour permettre le passage de câbles, qui transitent par des chemins de câble en tôle aluminium à bords roulés.

III-3 Carte d'acquisition National Instruments et boîtier de connexions

La carte d'acquisition *National Instruments 6025-E*, installée sur le PC, fonctionne avec un bus PCI (*Périphéral Component Interconnect*). Ce bus est actuellement le plus couramment utilisé dans les systèmes d'acquisition de données. Il offre des transferts haute vitesse, avec une bande passante de bus théorique jusqu'à 1 Mb/s et une fréquence d'échantillonnage jusqu'à 200 Méch./s.

La carte d'acquisition utilise un driver *NI-DAQmx*, qui offre une grande facilité d'utilisation, une flexibilité et des performances élevées sur de multiples plates-formes de programmation, dont *LabVIEW* ou *LabWindows*.

Elle est reliée à un boîtier de connexion *National Instruments*, de type SCB-100, qui est un bloc de connexions blindées avec borniers à vis, permettant de brancher les entrées et sorties traitées par la carte d'acquisition (*Fig.3.7*).

Le boîtier possède une capacité de 100 connexions parmi lesquelles on retrouve 16 entrées analogiques (dont 8 différentielles), 2 sorties analogiques et 32 entrées/sorties numériques. Les entrées analogiques ont une résolution de 12bits et une fréquence d'échantillonnage de 200 kHz. Les entrées/sorties numériques sont normalisées par une tension d'alimentation de 5V (technologie TTL – *Transistor Transistor Logic*). Ce sont actuellement les seules qui sont utilisées pour le pilotage des électrovannes, via *LabVIEW*.

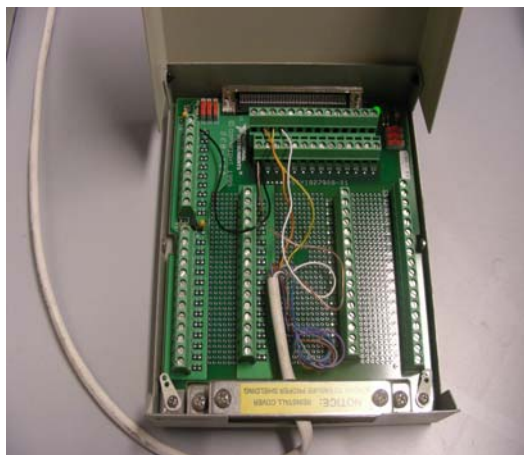


Figure 3.7 : Boîtier de connexions National Instruments, type SCB-100.

Sur le boîtier, les câbles des électrovannes, provenant du circuit d'interfaçage, ont été connectées sur des voies numériques bi-directionnelles (pouvant être utilisées comme entrée ou comme sortie), de type *DIO*.

L'électrovanne E1 est câblée sur la voie *DIO 0*, sur le bornier n°27.

L'électrovanne E2 est câblée sur la voie *DIO 1*, sur le bornier n°29.

L'électrovanne E2 est câblée sur la voie *DIO 2*, sur le bornier n°31.

La masse commune des électrovannes est câblée sur la voie *DGND*, sur le bornier n° 24, relié à une référence de masse du système sur la voie *AIGND* (bornier n°1).

III-4 Programme de pilotage sous LabVIEW

III-4-1 Présentation de LabVIEW

LabVIEW (*Laboratory Virtual Instrument Engineering Workbench*) est un environnement de développement graphique qui permet de créer des applications modulaires et extensibles pour la conception d'applications, le contrôle et le test. *LabVIEW* intègre l'acquisition, l'analyse, le traitement et la présentation de données. Cette vocation est consacrée par des bibliothèques de fonctions spécialisées (*GPIB*, *VXI*, *PXI*, cartes d'acquisition *DAQ*, traitement de données...), mais aussi par les particularités du langage de programmation graphique, appelé langage *G* (parallélisme inhérent à l'exécution par flux de données) et de l'environnement de développement (pilotes de périphériques standards, assistants pour l'installation du matériel).

Le concept d'instrument virtuel se manifeste par la permanence d'une interface graphique pour chaque module (fonction) d'un programme. Un programme *LabVIEW* permet donc d'automatiser un montage associant plusieurs appareils programmables, et réunit l'accès aux fonctionnalités de ce montage dans une interface utilisateur unique, véritable face avant d'un instrument virtuel. Les programmes *LabVIEW* s'appellent des Instruments Virtuels (*Vis*) et se composent de deux parties principales : la face avant et le diagramme.

La face avant d'un *VI* est avant tout une combinaison de commandes et d'indicateurs (numériques, à curseur, booléens, chaînes de caractères, graphes...). Les contrôles et les indicateurs de ce panneau avant constituent l'interface par laquelle le programme interagit avec l'utilisateur (lecture de commandes et de paramètres, affichage des résultats). Cette face avant se construit en plaçant des éléments graphiques accessibles dans une palette.

Si un *VI* est utilisé dans un autre *VI*, il devient un *sous-VI* et correspond à une fonction dans un langage textuel, dont l'usage facilite la lisibilité et limite les anomalies de fonctionnement du programme.

Chaque objet déposé sur la face avant génère dans le diagramme un symbole appelé *Terminal*, qui contient la valeur de l'objet graphique correspondant. Le diagramme contient ainsi les terminaux, les fonctions, les *sous-Vis*, les structures et constantes ainsi que des fils qui relient les différents objets pour leur transmettre les données. Chaque fil symbolise le passage d'une donnée depuis une source dont elle sort (comme résultat), vers une cible où elle entre (comme paramètre).

Les diagrammes du langage *G* ont donc une signification bien différente de celle des schémas électroniques qu'ils évoquent parfois. Dans un diagramme *LabVIEW*, la donnée ne transite dans le fil qu'au moment où elle est générée par son icône source. L'icône cible ne commencera son exécution que lorsque toutes ses données d'entrée seront disponibles. Ce modèle d'ordonnement par flots de données détermine l'ordre d'exécution des traitements du programme. Une conséquence importante de cette règle est que les traitements qui n'échangent pas de données sont libres de s'exécuter en parallèle.

La conception des programmes en langage *G* conserve une approche essentiellement procédurale. Mariée à l'exécution par flots de données, cette approche procure de bons résultats dans le domaine de l'instrumentation. Elle est aussi la plus intuitive pour des ingénieurs ou des chercheurs souvent plus familiers des protocoles expérimentaux que des concepts informatiques.

III-4-2 Mise en œuvre du programme de pilotage

La conception du programme de pilotage d'instruments de mesures sous *LabVIEW* nécessite au préalable la détermination des besoins et des exigences liés aux applications actuelles et futures du réseau gaz.

Le large éventail d'évolutions possibles des applications du réseau avec des microcapteurs implique de définir les fonctions prioritaires du pilotage, afin que le programme soit simple d'utilisation et disponible rapidement pour démarrer des essais :

- Génération d'un gaz ou d'un mélange de gaz, sous débit contrôlé, par l'envoi d'une consigne aux régulateurs de débit massique.
- Commande des électrovannes pour la circulation du ou des fluide(s) dans le réseau gaz.
- Description de l'état de fonction des débitmètres (état de marche ou anomalie de fonctionnement).
- Lecture des débits instantanés et des volumes de gaz utilisés durant une séquence.

Une *séquence* de pilotage sera entièrement définie par l'utilisateur, en envoyant des commandes sur la face avant du *VI*, dans les cases prévues à cet effet. L'exécution du programme pourra être également suivie en temps réel, sous la forme d'une animation visible dans le diagramme.

Le programme de pilotage, ainsi que tous les *sous-Vis* et les fonctions spécifiques sont disponibles dans le répertoire *C : \ Pilotage de la ligne à gaz* du PC.

III-4-2-1 Face avant du *VI*

La face avant du *VI* se compose de quatre parties principales distinctes :

1. Concentration actuelle des gaz dans les bouteilles

Un tableau à 3 colonnes mentionne le type de mélanges de gaz disponibles en bouteille, chacun étant associé à sa concentration molaire (en ppm-mol), convertie en concentration massique (en mg/m³) (*Fig.3.8*).

La relation utilisée pour cette conversion est la suivante :

$$C_{0n,mas} = \frac{C_{0n,mol} M_n}{V_{mol}} \quad (Eq.3.1)$$

où $C_{0n,mas}$ représente une concentration massique du constituant n du mélange binaire gazeux en bouteille (en mg/m^3) ⁽¹⁾, $C_{0n,mol}$ représente la concentration molaire du constituant n du mélange binaire gazeux en bouteille (en ppm-mol), M_n la masse molaire du constituant n (en g.mol^{-1}) et V_{mol} le volume molaire (en L.mol^{-1}), pris ici dans les conditions standards de température et de pression, soit $23,644 \text{ L.mol}^{-1}$.

Lors d'un changement de bouteilles et avec le programme actuel, ces constantes devront être modifiées dans le tableau de la face avant et dans le tableau de constantes du diagramme.

CONCENTRATION ACTUELLE DES GAZ DANS LES BOUTEILLES (LOCAL DE STOCKAGE)		
BOUTEILLE GAZ	Concentration (ppm molaire)	Concentration (mg/m3)
Hydrogène	50200	4280,29
Hélium	49170	8324,63
CO2	49800	92695,7
Méthane	0	0

CONCENTRATION GAZ (mg/m3) = Concentration Gaz (ppm) × Masse Molaire (g.mol-1) / Volume Molaire (L/mol)

Ici le volume molaire représente le volume idéal d'une mole de gaz à 15°C et 1,013 bar, soit 23,644 L/mol.

Figure 3.8 : Face avant du programme de pilotage – Partie 1 – Concentration actuelle des gaz dans les bouteilles

2. Programmation d'une séquence de pilotage

La programmation de la séquence de pilotage comprend, de haut en bas sur la face avant du VI (Fig.3.9) :

- 3 commandes numériques booléennes, sous forme de bouton-poussoir sphériques, permettant d'activer l'ouverture et la fermeture des électrovannes $E1$, $E2$ et $E3$. La couleur rouge définit un état fermé et la couleur verte montre une ouverture de l'électrovanne, qui sera accompagnée dans les secondes qui suivent, d'un bruit caractéristique de type « coup de bélier ».
- Un bouton *STOP* qui ferme les électrovannes et impose une remise à zéro des consignes des régulateurs de débit massique.
- 2 commandes numériques à incrément définissant respectivement un nombre total de séquences souhaitées et le numéro de programmation de séquence.
- 7 commandes numériques booléennes, présentées dans un tableau d'une ligne, sous forme de bouton-poussoir rectangulaire, où l'utilisateur sélectionne les gaz utilisés pour l'application. Une couleur vert clair apparaît lors de l'activation du bouton.

(1) : Une concentration massique exprimée en mg/m^3 doit mentionner les conditions de température et de pression définies pour un volume d' 1m^3 de gaz. Dans notre cas, ce volume ne représente pas la pression et la température des gaz en bouteille (environ 180 bar et à une température proche de la température ambiante pour les gaz utilisés), mais un volume d' 1m^3 ramené aux conditions standards de température et de pression, soit 15°C et 101325 Pa.

Ce choix sera expliqué lors de l'estimation des incertitudes de mesure dans la section III-5-3-4.

- Un tableau d'une ligne de 4 commandes numériques permettant à l'utilisateur de définir les concentrations massiques souhaitées des gaz interférents en mg/m^3 . La composition molaire actuelle des gaz en bouteille impose une limite à la somme des consignes de concentrations des gaz interférents. Cette somme ne pourra pas dépasser la valeur de la concentration initiale des gaz en bouteilles, soit 5%-mol.
- 2 commandes numériques à incrément permettent à l'utilisateur de définir un temps de séquence (en s), et le débit total souhaité du gaz ou du mélange de gaz en sortie de réseau (en mL/min).

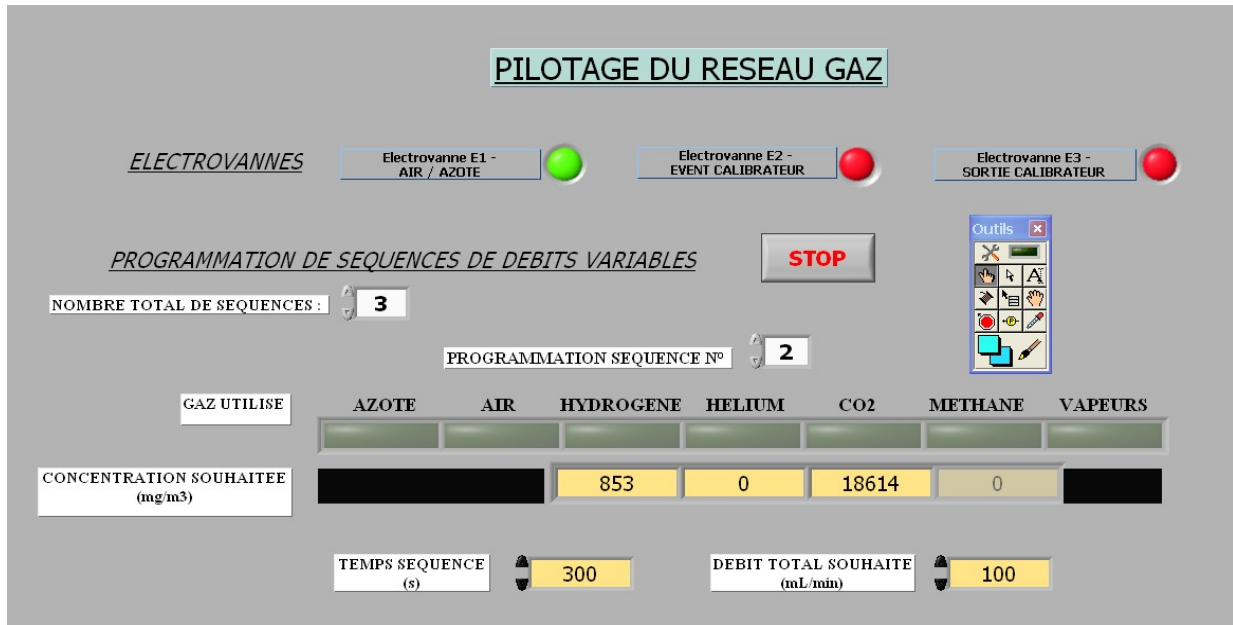


Figure 3.9 : Face avant du programme de pilotage – Partie 2 – Programmation d'une séquence de pilotage. Les commandes numériques sur fond jaune sont rentrées à titre d'exemple.

3. Envoi de consignes aux régulateurs de débit massique

Cette partie comprend un tableau d'une ligne de 5 indicateurs numériques, qui renvoient les résultats des calculs de consigne définis dans le diagramme, en fonction des consignes de concentrations et débits rentrées dans la programmation (parties 1 et 2).

Chaque valeur représente la consigne envoyée au régulateur de débit massique associée à une cellule du tableau, en pourcentage de la pleine échelle (%PE). En dessous de chaque cellule, un indicateur numérique mentionne l'état du débitmètre dès que la programmation est lancée. Une consigne atteinte par le régulateur (pouvant être nulle) est indiquée par la mention «OK». Un message d'erreur du type «COMS Error», indique une anomalie ou un dysfonctionnement (Fig.3.10). L'ouverture du sous-VI correspondant, de type «Write» et disponible dans le diagramme, permet d'identifier la cause du dysfonctionnement (manque de pression, électrovanne fermée, anomalie électrique, etc.)

	N2/AIR	H2	He	CO2	CH4
CONSIGNE DEBITMETRES (% PE)	6,00	19,93	0,00	20,08	0,00
ETAT DEBITMETRES POUR ENVOI CONSIGNE	OK	OK	OK	OK	OK

Figure 3.10 : Face avant du programme de pilotage – Partie 3 – Envoi de consignes aux régulateurs de débit massique.

4. Lecture des débits instantanés et des volumes de gaz générés

Cette dernière partie comporte un tableau d'une colonne d'indicateurs numériques de la mesure du débit instantané (en mL/min) de chaque régulateur de débit massique.

Disposés au dessus du tableau une colonne, des indicateurs numériques mentionnent l'état de fonctionnement des régulateurs après l'envoi du signal en retour de lecture des débits instantanés. Ces informations sont souvent redondantes avec celles obtenues en partie 3, et donc masquées pour ne pas alourdir la face avant. Il est aisé de les retrouver en cliquant sur la chaîne de caractère correspondante dans le diagramme.

L'appellation «totalisateur de débits», est un barbarisme employé par le fournisseur dans le manuel d'utilisation du régulateur de débit massique. Il désigne en fait le volume de gaz qui a circulé dans le régulateur durant une période définie par l'utilisateur.

Il comprend sur la face avant des commandes booléennes rectangulaires à 3 choix en menus déroulant et un tableau une colonne d'indicateurs de volume total pour chaque gaz, calculés par le régulateur de débit massique. Dès que la fonction «Start» est lancée, le totalisateur s'incrémente par dizaine de mL. La fonction «Stop» interrompt le totalisateur et affiche après quelques secondes les mesures de volume de gaz dans les cellules du tableau d'indicateurs.

Des indicateurs mentionnent l'état de fonctionnement de la fonction totalisateur des régulateurs (Fig.3.11).

GAZ	DEBIT REEL (mL/min)	TOTALISATEUR DEBITS (mL)	ETAT FONCTION TOTALISATEUR
N2 - AIR	60,03	44648,19	OK
H2	19,95	127,00	OK
He	0,00	0,00	OK
CO2	20,08	112,58	OK
CH4	0,00	0,00	OK

Figure 3.11 : Face avant du programme de pilotage – Partie 4 – Lecture des débits instantanés et totalisateur de débits.

III-4-2-2 Diagramme du VI

La conception du diagramme du VI s'effectue par des étapes d'incorporation de sous-diagrammes, comportant des structures de type condition ou boucle, et des *sous-Vis*.

Les *sous-Vis* sont des programmes spécifiques au modèle de régulateur de débit massique utilisé et font appel à quatre fonctions principales qui m'ont été fournies par un ingénieur de la société Brooks, située à Hatfield (USA) :

- Fonction «WriteSetPoint», qui permet d'envoyer une consigne de débit au régulateur
- Fonction «ReadFlow», qui permet de lire la mesure du débit instantané du régulateur
- Fonction «WriteTotalizerState», qui permet de démarrer, de stopper ou de remettre à zéro le totalisateur de débit
- Fonction «ReadTotalizer», qui permet de lire le volume total de gaz mesuré par le régulateur durant la période définie par la fonction précédente.

Ces 4 fonctions sont alors utilisées pour construire les 20 *sous-Vis* du diagramme ; chaque *sous-Vis* correspondant à un régulateur spécifique. Par exemple, les 5 *sous-Vis* de type «Write» ont été créés à partir de la fonction «WriteSetPoint».

Tous les *sous-Vis* intègrent deux bibliothèques dynamiques (*DLL CODE* et *STAT*), qui sont des fichiers de bibliothèque logicielle utilisés par le programme exécutable, mais n'en faisant pas partie. Ces fichiers contiennent des fonctions secondaires qui pourront être appelées pendant l'exécution du programme, sans que celles-ci soient incluses dans son exécutable. Les fonctions de ces *dll* contiennent notamment toutes les sources et les codes d'erreurs consécutives à un dysfonctionnement du régulateur.

Les *sous-Vis* intègrent également quatre paramètres, nommés *IDH*, *IDM*, *IDL* et *IDS*, qui identifient le régulateur de débit massique Brooks. Pour connaître les valeurs de ces paramètres, il faut utiliser le programme «*Read DeviceId Example*», en rentrant le numéro de série de chaque régulateur dans le diagramme du programme.

La face avant du même programme affiche alors les valeurs de ces paramètres, qui sont :

- régulateur Azote/Air : IDH= 94, IDM=AA, IDL=FF et IDS=32 (Fig. 3.12)
- régulateur Azote/Hydrogène : IDH= 94, IDM=AB, IDL=20 et IDS=32
- régulateur Azote/Hélium : IDH=94, IDM=AB, IDL=3A et IDS=32
- régulateur Azote/CO₂ : IDH = 94, IDM=AB, IDL=31 et IDS=32
- régulateur Azote/Méthane : IDH=94, IDM=AB, IDL=46 et IDS=32.

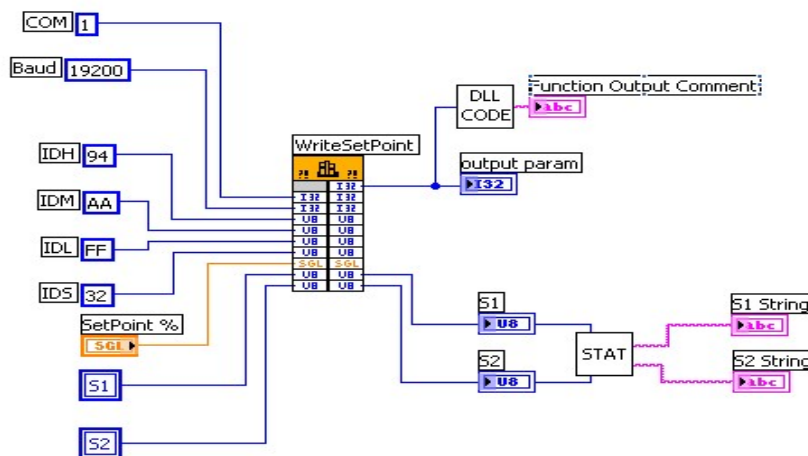


Figure 3.12 : Diagramme du sous-VI «Write N₂», utilisant la fonction «WriteSetPoint».

La base du diagramme de pilotage du réseau gaz est une structure de type condition, qui possède deux sous-diagrammes, l'un défini par une condition «Vrai» et l'autre par une condition «Faux». La valeur câblée au terminal du sélecteur de condition détermine la condition à exécuter au démarrage du programme. Cette structure a été choisie en fonction des deux types de possibilités de génération gazeuse sous débit contrôlé :

- Si l'utilisateur souhaite démarrer une séquence en utilisant uniquement un gaz vecteur (air ou azote), il ne peut rentrer qu'une commande de débit total, qui sera convertie pour l'envoi d'une consigne en pourcentage de la pleine échelle au régulateur de débit massique Air/Azote. Cette condition est définie comme «Vrai» dans la structure.
- Si l'utilisateur souhaite démarrer une séquence en utilisant un ou plusieurs gaz interférents avec un gaz vecteur, il doit rentrer une commande de concentration souhaitée pour chacun des gaz interférents, ainsi que le débit total du mélange de gaz en sortie d'utilisation. Ces commandes seront converties en consigne pour chacun des régulateurs, par des calculs dans le sous-diagramme, qui seront détaillés

lors de la description de ce sous-diagramme. Cette condition est définie comme «*Faux*» dans la structure.

Le sélecteur de condition est représenté par une icône située sur un bord de la structure et identifiée par un point d'interrogation. Le tableau de commande des concentrations de gaz interférent situé sur la face avant génère dans le diagramme un terminal qui contient les valeurs du tableau (étiqueté *Concentration (mg/m³) souhaitée*). Le câblage de ce terminal au sélecteur de condition permet d'imposer la condition *Vrai* à la structure si toutes les valeurs du tableau de concentration sont nulles.

Les sous-diagrammes dans la structure de condition font appel à deux fonctions principales, disponibles dans la palette de fonctions :

. Fonction «*Indexer un tableau*» :

Cette fonction permet de renvoyer un élément ou un sous-tableau avec un indice spécifié, d'un tableau à n dimensions. Des terminaux *éléments ou sous-tableaux* supplémentaires peuvent être rajoutés en redimensionnant la fonction.

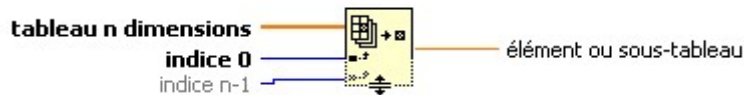


Figure 3.13 : Fonction «*Indexer un tableau*» du diagramme d'un VI.

Le *tableau n dimensions* peut être un tableau de n'importe quel type. Si c'est un tableau vide, la sortie *élément ou sous-tableau* de la fonction renvoie la valeur par défaut du type de données définies pour le tableau. Les indices 0 à $n-1$ doivent être numériques. Le nombre d'entrées d'indice correspond au nombre de dimensions du *tableau n dimensions*.

. Fonction «*Insérer dans un tableau*»

Cette fonction permet d'insérer un élément ou un sous-tableau dans un tableau à n dimensions, à l'endroit spécifié par un indice. Lorsque l'on câble un tableau à cette fonction, elle se redimensionne automatiquement pour afficher des entrées indice pour chaque dimension du tableau. Si on ne câble pas d'entrée indice, la fonction ajoute le nouvel élément ou sous-tableau à la fin du tableau à n dimensions.

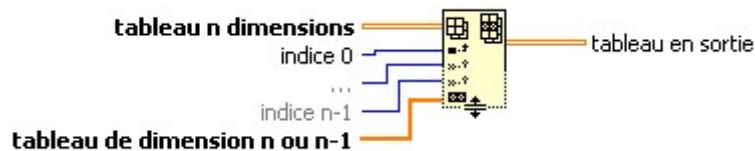


Figure 3.14 : Fonction «*Insérer dans un tableau*» du diagramme d'un VI.

Le *tableau n dimensions* est le tableau dans lequel on souhaite insérer un élément, une ligne, ou une colonne. Cette entrée peut être un tableau à n dimensions de n'importe quel type. Les indices 0 à $n-1$ spécifient la position d'insertion de l'élément, de la ligne ou de la colonne dans le tableau. Le *tableau de dimension n ou n-1* spécifie l'élément, la ligne ou la colonne que l'on veut insérer dans le *tableau n dimensions*.

Le *tableau en sortie* est le tableau que cette fonction renvoie avec les éléments, lignes ou colonnes insérés.

Les deux sous-diagrammes peuvent être alors décrits comme suit :

- Condition « Vrai »

Ce sous-diagramme exploite les données d'entrées situées à gauche de la structure condition, à savoir le terminal de commande numérique, qui contient la valeur du débit total souhaité (en mL/min), ainsi qu'un tableau une ligne à 5 dimensions avec des indices nuls.

Le régulateur des gaz vecteurs ayant une étendue de mesure (1L/min) dix fois supérieure à celle des régulateurs de gaz interférents, le débit total doit être ramené en pourcentage de la pleine échelle du régulateur de débit Azote / Air par un facteur 10. Ces deux données d'entrée (terminal de commande numérique et débit total) sont reliées à la fonction «*Insérer dans un tableau*», qui permet de dimensionner le terminal en sortie (*consigne %PE*) contenant les valeurs de consigne des 5 régulateurs. Cette fonction permet également d'envoyer la valeur de commande du débit total au sous-VI «*Write N₂*» pour transposer cette donnée en consigne pour le régulateur de débit Azote / Air, avec l'ouverture de l'électrovanne *E1* du réseau gaz (Fig.3.15).

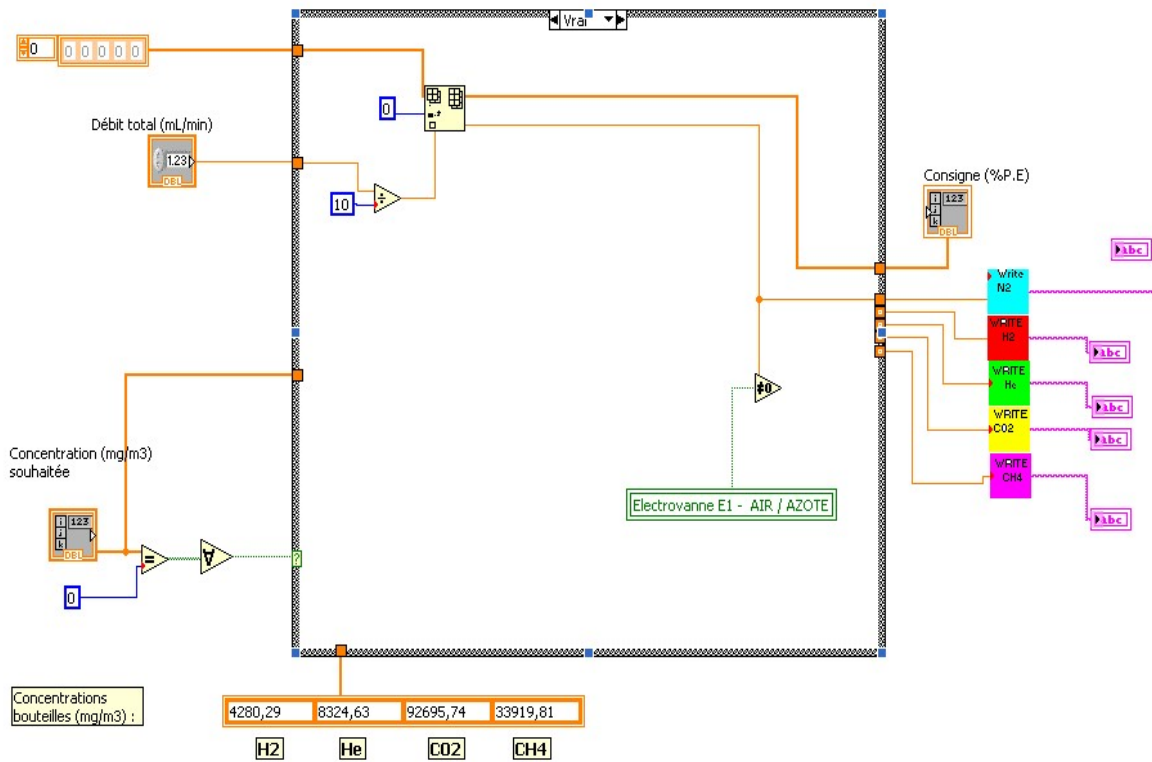


Figure 3.15 : Structure de condition « Vrai » du diagramme.

- Condition « Faux »

Ce sous-diagramme exploite des données d'entrée supplémentaires par rapport à la condition *Vrai*, à savoir le terminal de commande numérique qui contient les valeurs du tableau de concentrations des gaz interférents, ainsi qu'un terminal de constantes numériques représentant les valeurs de concentrations initiales de ces mêmes gaz en bouteille (en mg/m³). L'objectif de fonctionnement de ce sous-diagramme est d'envoyer les valeurs de consignes de débit à chaque régulateur, en fonction des données d'entrée.

Soit $c_{o1}, c_{o2}, c_{o3}, c_{o4}$ les concentrations massiques initiales respectives d'hydrogène, d'hélium, de dioxyde de carbone et de méthane dans les conditions standards de température et de pression (en mg/m^3).

Soit c_1, c_2, c_3, c_4 les concentrations massiques souhaitées de ces mêmes gaz en sortie d'utilisation du réseau gaz, dans les conditions standards de température et de pression (en mg/m^3).

Soit d le débit volumique total souhaité du mélange de gaz en sortie d'utilisation du réseau (en mL/min).

Soit d_1, d_2, d_3, d_4 les valeurs de consignes de débits volumiques (en mL/min) envoyées respectivement aux régulateur hydrogène, hélium, dioxyde de carbone et méthane.

Soit d_A la valeur de débit volumique (en mL/min) associée au régulateur de débit du gaz vecteur.

Ces valeurs de consigne sont calculées de la manière suivante :

$$d_1 = \frac{c_1 d}{c_{o1}} \quad , \quad d_2 = \frac{c_2 d}{c_{o2}} \quad , \quad d_3 = \frac{c_3 d}{c_{o3}} \quad \text{et} \quad d_4 = \frac{c_4 d}{c_{o4}} \quad (\text{Eq.3.2})$$

La valeur de débit d_A associée au régulateur de débit azote/air doit permettre une dilution simultanée de chaque gaz interférents :

$$d_A = d - \sum_{i=1}^{i=4} d_i = d \left(1 - \sum_{i=1}^{i=4} \frac{c_i}{c_{o_i}} \right) \quad (\text{Eq.3.3})$$

Cette valeur de débit est ramenée à une valeur de consigne en pourcentage de la pleine échelle (%PE) du régulateur azote / air :

$$d_{A(\%P.E)} = \frac{d}{10} \left(1 - \sum_{i=1}^{i=4} \frac{c_i}{c_{o_i}} \right) \quad (\text{Eq.3.4})$$

L'intégration de ces calculs de consignes de débits dans le sous-diagramme afférent à la condition *Faux* de la structure fait appel à une double utilisation de la fonction «*Indexer un tableau*» : l'une concernant le calcul des consignes d_1, d_2, d_3 et d_4 et l'autre pour le calcul de d_A .

Ces 5 valeurs de consigne, en sortie des fonctions d'indexation, sont câblées à la fonction «*Insérer dans un tableau*», qui permet de dimensionner le terminal en sortie (consigne %PE) contenant les valeurs de consigne des 5 régulateurs et d'envoyer les valeurs sur chaque régulateur de débit massique, par l'intermédiaire des *sous-Vis* de type «*Write*» (Fig.3.16).

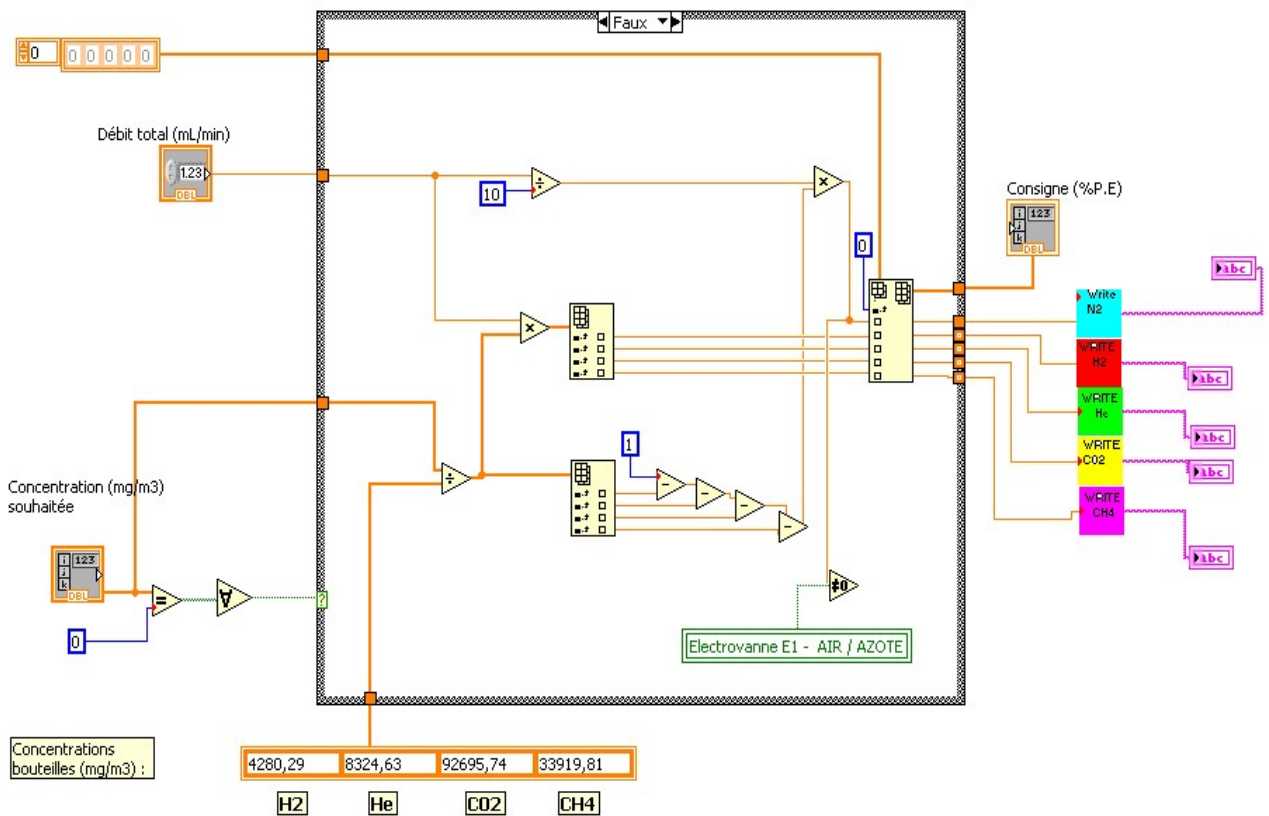


Figure 3.16 : Structure de condition « Faux » du diagramme.

La structure de condition est insérée dans une *structure séquence empilée*, afin de définir des étapes qui s'exécutent de manière séquentielle (Fig.3.17).



Figure 3.17 : Structure de séquence empilée.

Cette structure, disponible dans la palette de fonctions du diagramme, permet de garantir qu'un sous-diagramme s'exécute avant ou après un autre sous-diagramme et économise de l'espace sur le diagramme.

La structure séquence empilée comporte actuellement 4 étapes, dont la première (numérotée 0), est la structure de condition que nous venons de voir. Les 3 suivantes sont :

- Le pilotage des électrovannes (étape n°1)
- La lecture instantanée des débits (étape n°2)
- L'utilisation de la fonction totalisateur de débits (étape n°3)

L'étape n°1 concernant le pilotage des électrovannes fait apparaître sur le diagramme les trois électrovannes du réseau gaz (*EV1*, *EV2* et *EV3*), associées pour chacune à une commande booléenne avec commutation à l'appui (*TF*), une fonction «*Dig Line*» permettant l'écriture sur une ligne numérique par l'intermédiaire du boîtier de commande *SCB-100*, ainsi que des valeurs reliées à cette fonction (1 et 8) définissant le périphérique et la largeur de port utilisée (Fig.3.18).

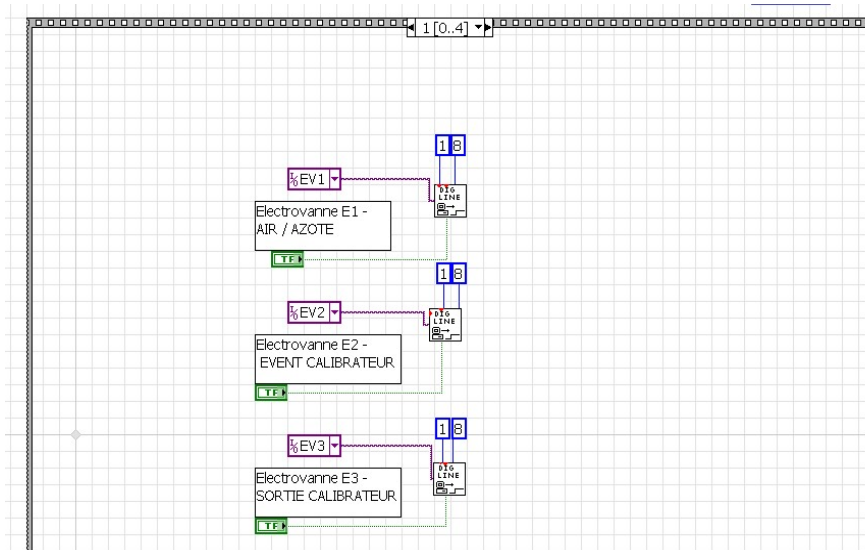


Figure 3.18 : Etape n°1 de la structure séquence empilée – Pilotage des trois électrovannes du réseau gaz.

L'étape n°2 concernant la lecture du débit instantané par les régulateurs de débit massique fait apparaître sur le diagramme 5 sous-Vis de type «Read» à partir desquels sont câblés trois terminaux d'indicateurs numériques : la mesure (*Flow*), l'unité de débit (*Unit*) et l'état de fonction du régulateur (*Function Output*). Comme vu précédemment, ce dernier terminal contient une valeur masquée sur la face avant. Si un problème de lecture de débit se présente lors d'une séquence de pilotage, il est recommandé de double cliquer sur le terminal correspondant dans l'étape n°2 du diagramme, afin de repérer le message d'erreur en face avant.

Les valeurs de mesure sont insérées dans un tableau à 5 indices et cette fonction renvoie un terminal d'indicateur numérique, sous la forme d'un tableau de sortie à 5 éléments (Fig.3.19).

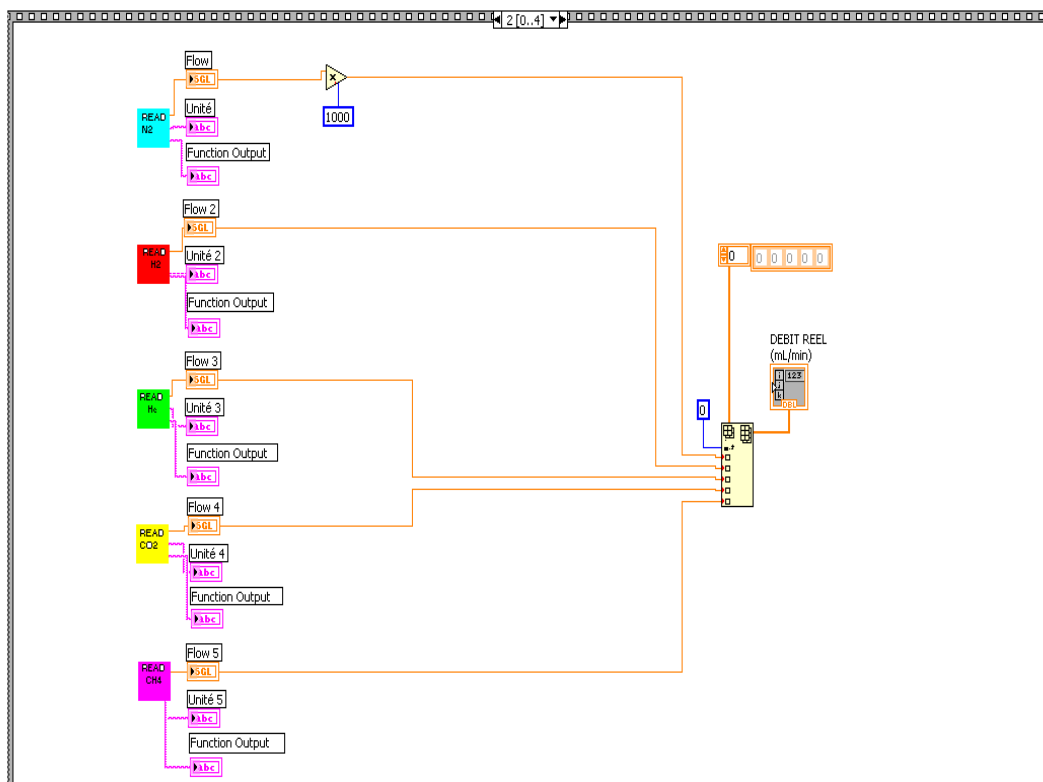


Figure 3.19 : Etape n°2 de la structure séquence empilée – Lecture des débits instantanés.

Enfin l'étape n°3 concernant l'utilisation de la fonction totalisateur de débits fait apparaître sur le diagramme (Fig.3.20) :

- 5 sous-Vis « Start Totalisateur »

Le terminal «TOTState» renvoie la valeur de la commande booléenne définie en face avant (Start, Stop ou Reset). Le terminal «Function Output» renvoie la valeur de la chaîne de caractère définissant l'état du régulateur lors de l'utilisation de la fonction totalisateur.

- 5 sous-Vis «Read Totalisateur»

Le terminal «TOTAL VOLUME» renvoie la valeur de l'indicateur numérique représentant le volume total de gaz mesuré par le régulateur durant la période définie par les commandes «Start» et «Stop».

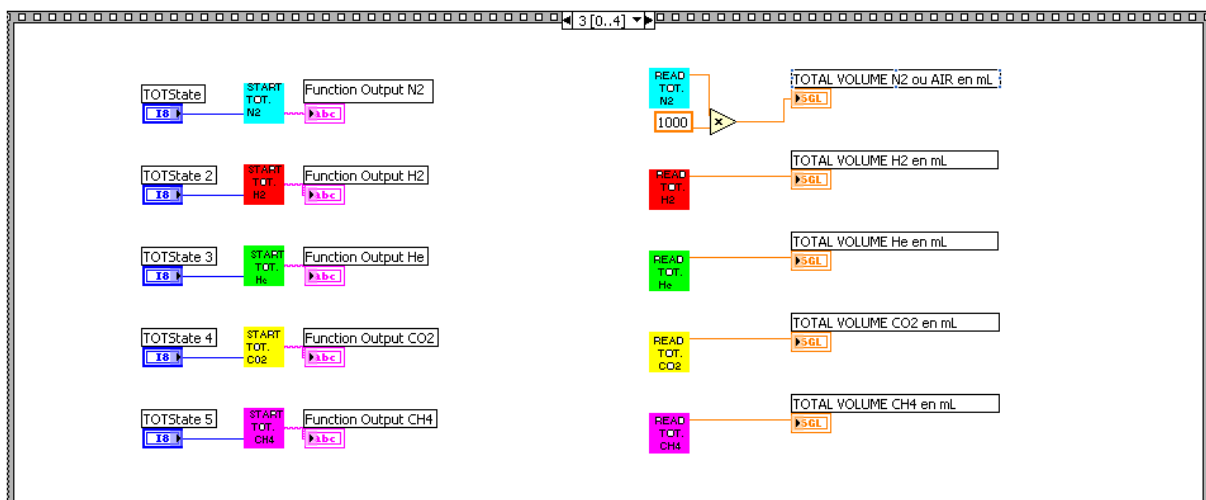


Figure 3.20 : Etape n°3 de la structure séquence empilée – Fonction totalisateur de débits.

La structure séquence empilée est contenue dans une boucle de type *While*, qui répète toutes les séquences empilées jusqu'à ce que le terminal de condition d'entrée reçoive une valeur booléenne particulière. La valeur booléenne dépend de la condition d'arrêt définie pour la boucle *While*.

Dans le cas de ce programme de pilotage, cette boucle doit remplir les conditions suivantes :

- démarrer les séquences empilées dès que l'utilisateur rentre un temps de consigne sur la face avant et lance le programme.
- arrêter la boucle dès que le temps défini dans la commande est écoulé, ou lorsque l'utilisateur appuie sur le bouton *Stop* de la face avant.

Pour ce faire, le terminal contenant la valeur de la commande numérique de temps de la face avant (en s), situé en dehors de la boucle *While*, est converti en ms.

Un compteur d'impulsion situé en dehors de la boucle permet de stocker le moment (horloge Windows en ms) de départ de la boucle.

Un deuxième compteur d'impulsions dans la boucle permet d'obtenir le moment de passage dans la boucle à chaque étape. En soustrayant les deux compteurs, on obtient la durée écoulée depuis le début de la boucle (en ms). Cette durée est comparée à celle du terminal «Temps» et permet

d'exécuter le programme pendant le temps défini sur la face avant ou d'arrêter le programme quand l'utilisateur appuie sur le bouton *Stop* (Fig.3.21).

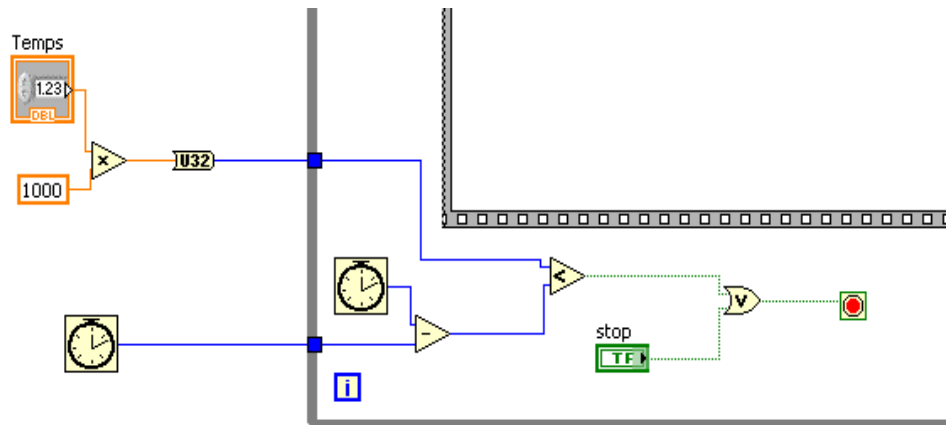


Figure 3.21 : Conditions de temps sur boucle *While* du diagramme.

Lorsque le programme est arrêté, toutes les commandes numériques situées sur la face avant doivent être réinitialisées. Pour y parvenir, la boucle *While* est intégrée dans une deuxième structure séquence empilée (étape 0).

L'étape 1 de cette structure définit des variables locales qui sont des duplications de terminaux de la face avant d'un *VI*, afin de pouvoir écrire ou lire en n'importe quel point du programme.

Le tableau de concentrations des gaz interférents, la commande numérique de débit total, la commande numérique de temps et la commande d'ouverture de l'électrovanne sont ainsi réinitialisées à la fin du programme (Fig.3.22).

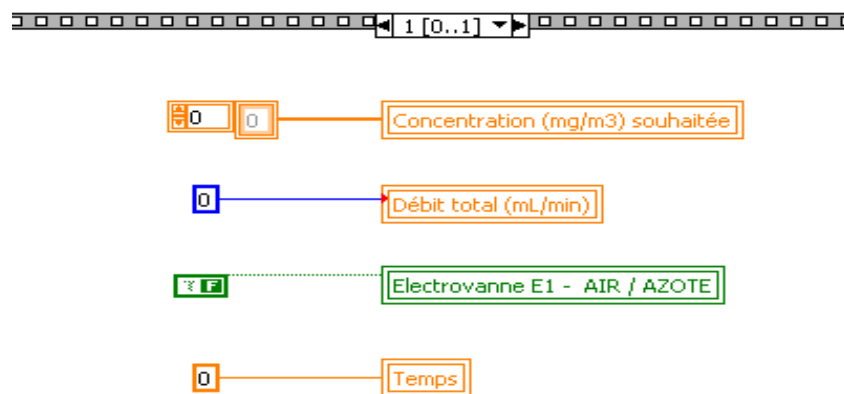


Figure 3.22 : Structure séquence empilée incluant la boucle *While* et définissant 4 variables locales.

III-4-3 Génération séquentielle et perspectives de développement du programme

Le programme de pilotage permet désormais de générer un mélange de gaz, sous débit contrôlé, en définissant une concentration massique souhaitée d'un ou plusieurs constituants du mélange et un temps de séquence. Les caractérisations de microstructures sous environnement gazeux peuvent nécessiter des changements fréquents de génération de différents mélanges, qui obligent actuellement l'utilisateur à surveiller le temps de séquence pour définir de nouvelles consignes dès qu'une séquence se termine.

Une perspective intéressante d'amélioration de ce programme réside dans la possibilité d'exécuter un enchaînement de séquences de mélanges gazeux : l'utilisateur définit un nombre total de séquences pour une caractérisation et programme chacune d'elles. Cette programmation est alors enregistrée dans un fichier et dès que l'utilisateur le décide, les générations séquentielles s'enchaînent les unes à la suite des autres, sans interruption.

Le développement de cette génération séquentielle sous *LabVIEW* peut être réalisé à l'aide d'une programmation complexe à base de machines d'état.

Une machine d'état met en œuvre un algorithme qui étend les capacités des structures classiques (boucle *While*, structure à séquence empilée...) avec des fonctionnalités supplémentaires de hiérarchie, de concurrence et d'actions complètes. Elle trouve tout son intérêt dans les applications pour lesquelles il faut exécuter différentes opérations dans un ordre quelconque, définies par les actions de l'utilisateur et les événements des opérations précédentes. Ainsi, un état N+1 est conditionné par l'état N, lui-même conditionné par l'état N-1. L'outil «*State Chart Toolkit*» de *LabVIEW* est un moyen efficace pour élaborer une machine d'état et exige du concepteur la réalisation d'une table des états possibles, où chaque état sera défini par une action d'entrée, une action de sortie, une action de début et une action de transition. Une interface spécifique, sous forme de *sous-VI*, permet alors de sauvegarder les données d'initialisation de la machine d'état sur un fichier tableur. A l'arrêt du programme, les mesures définies dans les paramètres de la machine sont exportées sous *Excel* afin d'être exploitées.

L'intérêt supplémentaire de l'utilisation d'une machine d'état est d'améliorer la lisibilité du programme de pilotage et faciliter toute modification ultérieure. Ce développement du programme de pilotage à base de machine d'état est actuellement pris en charge par trois étudiants en Master GSAT (Génie des Systèmes pour l'Aéronautique et les Transports), spécialité ISEE (Ingénierie des Systèmes Electroniques Embarqués), dans le cadre d'un stage. L'objectif final de leur travail est d'aboutir à la réalisation d'un pilotage du réseau gaz dont l'exécution peut se résumer ainsi :

- Définition du nombre de séquences par l'utilisateur
- Programmation de chaque séquence, en définissant les gaz utilisés, la concentration massique et le débit total souhaité ainsi qu'un temps de séquence.
- Déroulement automatique des séquences, avec lecture des débits instantanés, du volume de gaz écoulé, de la température et de l'hygrométrie.
- Acquisition et exploitations des mesures de débit, volume, température et hygrométrie sous *Excel*.

Une utilisation intéressante de l'exportation sous *Excel* des mesures de volume de gaz écoulé durant une séquence réside dans l'optimisation de la consommation des bouteilles de gaz du local de stockage. Des calculs de consommation moyenne mensuelle ou annuelle peuvent ainsi être facilement mis en place afin d'éviter une coupure d'approvisionnement et d'anticiper l'achat de nouvelles bouteilles de gaz.

III-5 Détermination des incertitudes liées à la concentration des gaz interférents

Dans le processus de mesure actuel, on peut assimiler la concentration massique demandée par l'opérateur comme une grandeur d'entrée de la chaîne de mesure, constituée par les différents appareils afférents au processus de pilotage. Le débit massique, qui fixe la concentration massique réellement obtenue, est alors considéré comme une grandeur de sortie.

Pour les applications d'essai et de caractérisations de microcapteurs liés à l'utilisation du réseau, il est intéressant d'évaluer l'incertitude liée à la valeur attendue de la concentration massique d'un ou plusieurs constituants du mélange de gaz, à l'intérieur de la cellule de mesure du microcapteur.

Cette valeur de concentration massique n'est pas mesurée directement ⁽¹⁾ mais peut néanmoins être définie comme un *mesurande* du processus de mesure, déterminé à partir de grandeurs de débits massiques (voir III-4-2-2). La modélisation du processus de mesure et l'évaluation de l'incertitude de mesure sur le mesurande peuvent être envisagées par la méthode définie par la norme *NF ENV 13005*, communément appelée *GUM* [44].

Cette méthode peut être réalisée en cinq étapes :

- Identification et réduction des sources d'erreurs
- Détermination du modèle mathématique
- Estimation des incertitudes types
- Calcul de l'incertitude-type composée ⁽²⁾
- Détermination de l'incertitude élargie ⁽³⁾

III-5-1 Identification des sources d'erreurs

Pour identifier les sources d'erreurs, on peut utiliser la méthode dite des «5M», qui consiste à énumérer tous les éléments qui interviennent dans le processus de mesure, et ce pour chacune des cinq catégories suivantes : moyens (performance des appareils de mesure), méthode (mode opératoire), milieu (environnement de la mesure), matière (mesurande) et main d'œuvre (personnel réalisant la mesure).

Les sources d'erreurs significatives ayant potentiellement une influence sur les valeurs de débits massiques et sur le mesurande sont les suivantes :

- Réalisation du mélange initial de gaz en bouteilles
- Spécifications fournisseur des régulateurs de débit massique utilisés
- Tension d'alimentation et acquisition des données par la liaison RS485/RS232
- Mise en œuvre logicielle du programme de pilotage
- Effets des conditions environnantes du mesurage sur la valeur du débit massique mesurée par un régulateur
- Réalisation imparfaite de la définition de la concentration massique d'un gaz

(1) : Dans le cadre d'une vérification du principe de dilution du réseau gaz, nous avons pu disposer d'un analyseur de concentration massique pour contrôler les concentrations de gaz interférents dans des mélanges azote/hydrogène et azote/dioxyde de carbone (voir III-6), mais l'analyseur n'étant plus raccordé à un étalon de référence, il ne peut pas être considéré dans nos calculs d'incertitudes comme un étalon de mesure.

(2) : Incertitude-type du résultat d'un mesurage, lorsque ce résultat est obtenu à partir des valeurs d'autres grandeurs, égale à la racine carrée d'une somme de termes, ces termes étant les variances ou covariances de ces autres grandeurs, pondérées selon la variation du résultat de mesure en fonction de celle de ces grandeurs.

(3) : Grandeur définissant un intervalle, autour du résultat d'un mesurage, dont on puisse s'attendre à ce qu'il comprenne une fraction élevée de la distribution des valeurs qui pourraient être attribuées raisonnablement au mesurande.

Les grandeurs influentes liées à ces sources d'erreurs peuvent alors figurer dans un diagramme de type « 5M » du processus de mesure (Fig 3.23).

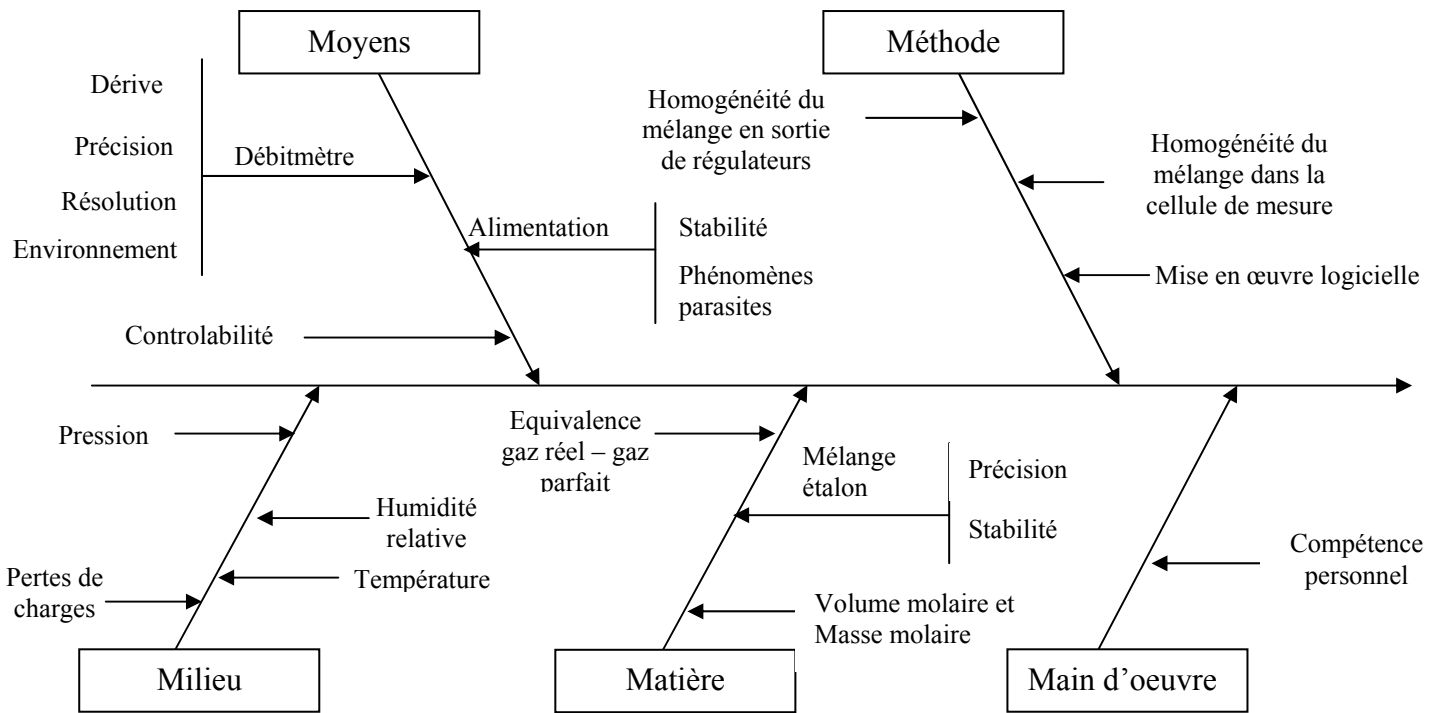


Figure 3.23 : Représentation d'un diagramme des sources d'erreurs, type « 5M », du processus de mesure.

L'effet de chacune de ces grandeurs d'influence est difficilement quantifiable de manière isolée et ne présente que peu d'intérêt pour notre objectif.

Néanmoins, on peut idéalement essayer de les regrouper en distinguant l'importance de leur contribution sur la valeur attendue de la concentration massique d'un ou plusieurs constituants du mélange de gaz, définie par le modèle mathématique du processus de mesure.

III-5-2 Détermination du modèle mathématique

La concentration massique d'un constituant d'un mélange de gaz réalisée par les régulateurs de débit massique est définie ainsi :

$$c_n = c_{0n,mas} \frac{d_n}{\sum d_i} \quad (Eq.3.5)$$

avec c_n la concentration massique du constituant n dans le mélange de gaz contenu à l'intérieur de la cellule de mesure (en mg/m^3), $c_{0n,mas}$ la concentration massique initiale du constituant n (en mg/m^3) dans les conditions standards de température et de pression, d_n le débit massique mesuré par le régulateur correspondant au constituant n (en mL/min), et d_i le débit massique du constituant i mesuré par chaque régulateur utilisé pour la génération du mélange gazeux (en mL/min).

En considérant le processus de mesure comme un principe de dilution gazeuse, sa modélisation peut s'appuyer sur cette relation mathématique, mais la présence du terme $\sum d_i$ nécessite de définir les différents types de mélange concernés par le calcul d'incertitudes.

Etant donné que les mélanges gazeux générés dépasseront rarement l'utilisation de deux gaz interférents, nous avons choisi de limiter notre étude aux cas suivants :

- Mélanges gazeux binaire sans vapeur d'eau (exemple : Azote / Hydrogène)
- Mélange gazeux ternaire sans vapeur d'eau (exemple : Air sec⁽¹⁾ / Hydrogène / Dioxyde de carbone)
- Mélange gazeux avec vapeur d'eau (exemple : Air humide / Hydrogène / Dioxyde de carbone)

Nous commencerons par déterminer les incertitudes-types communes aux types de génération ci-dessus, avant de présenter l'incertitude-type composée et l'incertitude élargie associées aux mélanges sans vapeur d'eau. Le cas des mélanges avec vapeur d'eau sera traité après la présentation du fonctionnement du calibrateur de vapeur, dans la section *IV-3-1-4* de ce mémoire.

III-5-3 Estimation des incertitudes-types

III-5-3-1 Méthodes de «type A» et de «type B»

Afin de constituer la liste des incertitudes-types rattachées à l'estimation de la concentration massique d'un constituant n à l'intérieur de la cellule de mesure, il convient de prendre en compte :

- les sources d'incertitudes associées à la distribution d'une grandeur x_i de la relation fonctionnelle 3.5. On détermine son estimation d'entrée χ_i et son incertitude-type associée $u(\chi_i)$ ou sa variance $u^2(\chi_i)$.
- les sources d'incertitudes qui n'apparaissent pas explicitement dans la relation 3.5, mais dont les grandeurs y_i affectent les résultats de la mesure. Ces sources sont déduites du diagramme des 5M établi précédemment (*Fig.3.23*).

Actuellement, seule la loi de probabilité donnant des informations sur la contrôlabilité des régulateurs de débit massique peut être connue par une détermination expérimentale. La grandeur associée au terme *contrôlabilité* représente ici l'incertitude relative entre la mesure des débits instantanés délivrés par les régulateurs de débit massique et la ou les consigne(s) de débit définie(s) sous *LabVIEW*. Cette grandeur étant assimilable à une répétabilité de mesures, son incertitude-type sera déterminée à partir des méthodes de «type A» (voir *III-5-3-3*).

Pour toutes les autres grandeurs, on emploiera alors la méthode dite de «type B», où les incertitudes-types sont estimées par un jugement scientifique, fondé sur toutes les informations disponibles au sujet de la variabilité possible des grandeurs x_i et y_i .

III-5-3-2 Constats de vérification

Concernant la détermination des incertitudes-types liées à la mesure des débits massiques, les informations disponibles au sujet de la variabilité possible du débit sont données par les spécifications constructeurs et par le constat de vérification livré pour chaque régulateur.

Le constat de vérification, effectué par la société *Serv'Instrumentation*, comporte des éléments de traçabilité réglementaire concernant le moyen de mesure raccordé à des étalons nationaux. Il conclut à la conformité du régulateur de débit massique suivant les prescriptions constructeurs.

(1) : L'air sec reconstitué disponible en bouteille est un mélange composé à 80%N₂-20%O₂, mais étant donné son utilisation en tant que gaz vecteur dans le réseau, il sera considéré dans cette section comme un gaz et non un mélange de gaz.

Chaque vérification est effectuée par la mesure du temps de remplissage d'un volume connu en comparant le débit de référence d'un banc volumétrique vérifié par le *LNE*⁽¹⁾ au signal de mesure de sortie du régulateur. Le signal de sortie est mesuré en tension (0-5V) à l'aide d'un voltmètre étalonné par rapport à un calibrateur de tension vérifié *COFRAC*⁽²⁾. Le tableau des résultats de mesure fait apparaître cinq valeurs de débit de référence (en mL/min), échelonnées sur l'étendue de mesure des régulateurs (de 0 à 100 mL/min pour les régulateurs associés aux gaz interférents et de 0 à 1L/min pour le régulateur associé aux gaz vecteurs). Chaque débit de référence est corrigé en appliquant des corrections dues à la mesure de pression dans le volumètre et à la température du gaz, pour ensuite être exprimé à une température de 15°C et une pression de 101325 Pa. A chaque valeur de débit de référence correspond la valeur de signal de tension en sortie (V) et une incertitude d'étalonnage (mL/min).

III-5-3-3 Critères de prise en compte des incertitudes-types

Les incertitudes d'étalonnage sont données sans niveau de confiance et on peut donc s'interroger sur la loi de distribution associée aux spécifications constructeur. D'après la version de l'édition 2008 du GUM [44], une incertitude d'étalonnage est donnée **par convention** à partir d'une loi normale, avec un facteur d'élargissement $k=2$. Une justification théorique de cette indication peut être démontrée à partir du théorème central limite, qui est un résultat sur la convergence en probabilités d'une suite de variables aléatoires. Intuitivement, ce résultat affirme que toute somme de variables aléatoires indépendantes et identiquement distribuées tend vers une variable aléatoire gaussienne.

Mais le guide précise cependant que la valeur numérique du facteur d'élargissement doit toujours être donnée, ce qui n'est pas le cas ici. Rigoureusement, nous supposons alors que la loi de probabilité de la distribution des composantes d'incertitudes liées aux spécifications constructeur est a priori uniforme (ou rectangulaire).

Par ailleurs, le constructeur annonce une fidélité de +/- 0,25% de la mesure (voir *II-1-3-4*).

Cette source d'incertitude est prise en compte dans le calcul des incertitudes-types d'étalonnage, obtenues par l'analyse statistique des observations. Au même titre que les erreurs d'hystérésis et de linéarité, la contribution de la fidélité sur l'erreur de mesure est incluse dans les données de précision du régulateur de débit, fournies par le constructeur.

Le principe de mesure des débitmètres massiques à effet thermique exploite la grandeur de capacité thermique massique à pression constante (voir *II-1-3-3*). L'influence de la pression du gaz sur le débit peut être déterminée par la variation de sensibilité au débit massique du régulateur de débit, résultant de l'écart entre la pression d'utilisation et la pression d'étalonnage.

Après confirmation par la société *Serv'Instrumentation*, la pression d'étalonnage utilisée en entrée des débitmètres est de 3 bar (4 bar pour le gaz vecteur). Cette valeur de pression étant identique à celle utilisée dans notre réseau gaz, on suppose alors que l'influence des variations de pression au niveau des régulateurs de débit est négligeable sur la mesure du débit instantané et il n'y a pas lieu d'envisager une estimation de l'incertitude-type associée à la pression.

L'incertitude-type liée aux spécifications fournisseurs des régulateurs de débit massique prendra finalement en compte les composantes suivantes : précision, stabilité et conditions d'environnement.

La composante d'incertitude associée à la méthode de mesure est particulièrement difficile à évaluer. En effet, même si l'incertitude de la méthode peut être l'incertitude dominante, une des rares informations disponibles pour évaluer son incertitude-type provient des résultats d'une intercomparaison.

(1) : Laboratoire national de métrologie et d'essais (anciennement Laboratoire National d'Essais)

(2) : Comité français d'accréditation

La détermination du même mesurande par différentes méthodes ou par une même méthode dans différents laboratoires peut souvent fournir une information valable sur l'incertitude attribuable à une méthode particulière.

A ce titre et dans le cadre du projet de l'ANDRA (voir IV-1), une équipe du centre SPIN de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne a pu comparer le comportement d'un capteur à conductivité thermique en détection gazeuse avec notre réseau gaz et le réseau développé dans leur laboratoire⁽¹⁾. Cette comparaison a permis, entre autres, de conforter le principe de dilution de notre réseau gaz mais ne nous permet pas, en l'état actuel, d'évaluer l'influence des effets systématiques de la méthode, qu'ils soient déterminés ou non mis en évidence au préalable.

De plus, faute de données disponibles, l'influence des pertes de charge du réseau gaz et des variations de tension de l'alimentation des régulateurs sur la mesure du débit instantané sera considérée comme négligeable.

Ainsi, la liste des différentes incertitudes-types liées à chacune des grandeurs physiques du processus de mesure se ramène essentiellement à l'estimation des incertitudes associées à la distribution des grandeurs x_i de la relation 3.5. Nous estimerons alors les incertitudes-types suivantes :

- . $u(c_{0n,mas})$ liée à la concentration massique initiale du constituant n en bouteille,
- . $u(d_n)$ liée à la mesure du débit d_n par le régulateur associé au gaz interférent n ,
- . $u(d_A)$ liée à la mesure du débit d_A par le régulateur associé aux gaz vecteurs.

III-5-3-4 Incertitude-type liée à la concentration massique initiale du constituant n

La relation de conversion utilisée et exploitée sous le programme *LabVIEW* (II-2-2) est rappelée ici :

$$c_{0n,mas} = \frac{c_{0n,mol} M_n}{V_{mol}} \quad (Eq.3.6)$$

où $c_{0n,mas}$ représente la concentration massique initiale du constituant n du mélange binaire gazeux dans les conditions standards de température et de pression (en mg/m³), $c_{0n,mol}$ représente la concentration molaire du constituant n du mélange binaire gazeux en bouteille (en ppm-mol), M_n la masse molaire du constituant n (en g.mol⁻¹) et V_{mol} le volume molaire dont la valeur exploitée sous *LabVIEW* est donnée dans les conditions standards de température et de pression (15°C et 1,013 bar), soit 23,644 L.mol⁻¹.

Le volume molaire aurait tout aussi bien pu être pris dans les conditions normales de température et de pression (0°C et 1,013 bar) ou à une autre température, mais les conditions standards ont été initialement choisies afin d'être en concordance avec les conditions d'étalonnage des régulateurs.

L'expression de l'incertitude-type composée liée à la valeur de concentration massique initiale en bouteille est déduite de la loi de composition des variances, en considérant qu'il n'y a aucune corrélation entre la masse molaire, le volume molaire et la concentration molaire initiale des gaz interférents (Eq.3.7).

$$u^2(c_{0n,mas}) = \left(\frac{\partial c_{0n,mas}}{\partial c_{0n,mol}} \right)^2 u^2(c_{0n,mol}) + \left(\frac{\partial c_{0n,mas}}{\partial M_n} \right)^2 u^2(M_n) + \left(\frac{\partial c_{0n,mas}}{\partial V_{mol}} \right)^2 u^2(V_{mol}) \quad (Eq.3.7)$$

(1) : voir annexe 2.

On obtient alors :

$$u^2(c_{0n,mas}) = \left(\frac{M_n}{V_{mol}}\right)^2 u^2(c_{0n,mol}) + \left(\frac{c_{0n,mol}}{V_{mol}}\right)^2 u^2(M_n) + \left(\frac{c_{0n,mol}M}{V_{mol}^2}\right)^2 u^2(V_{mol}) \quad (Eq.3.8)$$

. Incertitude-type $u(M_n)$ liée à la masse molaire des gaz interférents

D'après la nomenclature la plus récente de l'IUPAC ⁽¹⁾, on peut relever les masses atomiques et la liste des incertitudes rattachées à chaque élément constituant les gaz interférents actuels du réseau. En considérant que l'incertitude indiquée par l'IUPAC définit les limites d'une distribution rectangulaire, on obtient l'incertitude-type correspondante en divisant ces valeurs par $\sqrt{3}$. L'incertitude-type sur la contribution de chaque élément à la masse molaire des différents gaz interférents est alors calculée grâce à une propriété de la variance qui s'écrit :

$$VAR[aX] = a^2 VAR[X] \text{ soit } u(kX) = ku(X) \quad (Eq.3.9)$$

Concrètement, dans le cas de gaz constitués d'un seul élément, il suffit de multiplier l'incertitude-type de chaque élément par le nombre d'atomes pour obtenir l'incertitude-type de la masse molaire du gaz. Concernant les incertitudes-types sur les masses molaires du dioxyde de carbone et du méthane, ce calcul est complété par une loi de composition des variances, en considérant que les valeurs des contributions de chaque élément sont indépendantes. Les masses molaires des gaz interférents et leurs incertitudes-types associées sont résumées dans le tableau 3.1.

Gaz interférent	Elément	Masse atomique élément (u)	Incertitude indiquée IUPAC (u)	Incertitude-type élément (u)	Masse molaire* gaz (g.mol ⁻¹)	Incertitude-type masse molaire (g.mol ⁻¹)
H ₂	H	1,00794	± 0,00007	0,00004	2,01588	0,00008
He	He	4,002602	± 0,000002	0,000001	4,002602	0,000001
CO ₂	C	12,01707	± 0,0008	0,00046	44,01587	0,00057
	O	15,9994	± 0,0003	0,00017		
CH ₄	C	12,01707	± 0,0008	0,00046	16,04883	0,00049
	H	1,00794	± 0,00007	0,00004		

Tableau 3.1 : Masses molaires des gaz interférents et leurs incertitudes-types associées

* : La masse molaire est numériquement identique à la valeur moyenne de la masse moléculaire, qui est obtenue par l'addition de la masse atomique de chaque atome de la molécule multipliée par leur indice numérique dans la formule brute.

. Incertitude-type $u(V_{mol})$ liée au volume molaire

D'après le CODATA 2006 ⁽²⁾, le volume molaire des gaz à une température et une pression donnée est connue avec une incertitude-type relative de $1,7.10^{-6}$.

(1) La nomenclature IUPAC est un système conçu pour nommer les composés chimiques et pour décrire la science de la chimie en général. Elle est développée et mise à jour sous les auspices de l'Union Internationale de Chimie Pure et Appliquée UICPA.

(2) Le Comité de données pour la science et la technologie (ou CODATA), créé en 1966, est un comité interdisciplinaire du Conseil international pour la science (ICSU). Un de ses objectifs est d'améliorer la collection, l'évaluation critique, et l'accès aux données scientifiques et technologiques majeures. Le CODATA préconise une liste de valeurs des constantes physiques fondamentales associées à leurs unités et incertitudes.

. Incertitude-type $u(c_{0n,mol})$ liée à réalisation de la concentration molaire initiale du gaz interférent n en bouteille

Pour toutes les bouteilles actuelles de gaz interférents, *Air Liquide* mentionne une incertitude relative $U_{\text{élargie}}$ de réalisation du mélange de 2% en relatif, donnée avec un intervalle de confiance de 95% (voir II-2-2).

La loi de distribution représentant cette grandeur est alors normale, avec un facteur d'élargissement k égal à 2.

L'incertitude-type liée à la concentration molaire initiale du gaz interférent n en bouteille est :

$$u(c_{0n,mol}) = U_{\text{élargie}} / k = 0,01 c_{0n,mol} \quad (\text{en ppm-mol}) \quad (\text{Eq.3.10})$$

Par comparaison avec la valeur de cette dernière incertitude-type, les incertitudes-types des valeurs liées aux masses molaires des gaz interférents et au volume molaire sont donc négligeables, et l'expression de l'incertitude-type composée liée à la valeur de concentration massique initiale en bouteille devient :

$$u^2(c_{0n,mas}) = \left(\frac{\partial c_{0n,mas}}{\partial c_{0n,mol}} \right)^2 u^2(c_{0n,mol}) \quad (\text{Eq.3.11})$$

L'incertitude-type liée à la conversion de la concentration molaire initiale (mol-%) en concentration massique (mg/m^3) du gaz interférent n en bouteille s'écrit alors :

$$u(c_{0n,mas}) = \frac{M_n}{V_{mol}} u(c_{0n,mol}) \quad (\text{Eq.3.12})$$

Pour les 3 bouteilles de gaz interférents actuellement utilisées dans le réseau gaz (mélanges N_2/H_2 -5%, mélange N_2/He -5% et mélange N_2/CO_2 -5%), on obtient alors :

$$u(c_{0n,mas}) = 0,01 c_{0n,mas} \quad (\text{en mg}/\text{m}^3) \quad (\text{Eq.3.13})$$

III-5-3-5 Incertitude-type liée à la mesure du débit d_n par le régulateur associé au gaz interférent n

Pour toutes les incertitudes-types mentionnées dans cette section, le terme d_n correspond au débit mesuré par le régulateur de débit massique associé au constituant n du mélange. Sa valeur sera rapportée en unité de débit volumique (mL/min).

. incertitude-type $u(d_p)$ liée à la précision du régulateur de débit massique

Le constructeur annonce une précision de 0,7% de la mesure +/- 0,2% de la pleine échelle, correspondant à des incertitudes-types de linéarité $u(d_{pl})$ et de zéro $u(d_{p0})$.

Pour un gaz interférent, la pleine échelle du régulateur de débit correspondant est $100\text{mL}/\text{min}$.

La précision étant donnée sans niveau de confiance et des valeurs extrêmes étant probables, il convient de supposer que la distribution est rectangulaire. On obtient alors :

$$u(d_{pl}) = \frac{0,7d_n}{\sqrt{3}} \text{ mL/min} \quad \text{et} \quad u(d_{p0}) = \frac{0,2}{\sqrt{3}} \text{ mL/min} \quad (\text{Eq.3.14})$$

. incertitude-type $u(d_s)$ liée à la stabilité du régulateur de débit massique

Le constructeur annonce une stabilité inférieure à 0,5% de la mesure/an pour chaque régulateur de débit massique. Sans autre information supplémentaire, on considère que la dérive temporelle est associée à une probabilité uniforme sur l'intervalle de temps entre 2 étalonnages successifs :

$$u(d_s) = \frac{0,5d_n}{2\sqrt{3}} \text{ mL/min} \quad (\text{Eq.3.15})$$

. incertitude-type $u(d_{env})$ liée aux conditions d'environnement lors de l'utilisation du régulateur

Le constructeur mentionne uniquement les effets de la température ambiante sur la mesure des débits instantanés par les régulateurs et annonce un écart avec l'étalonnage d'origine inférieur à 0,015% du débit instantané sur une plage de température de 0 à 70°C. Dans la salle du réseau gaz, une variation de température ambiante de 10°C (entre 15°C et 25°C) peut être envisagée. Pour l'évaluation de l'incertitude-type associée à la variation de la température ambiante, on suppose que l'effet de la température ambiante sur la réponse du débitmètre est proportionnel à la variation de la température ambiante. On considère également qu'au cours de la période de mesurage, la valeur nominale (20°C) est plus probable que les deux extrêmes. La loi de probabilité est alors mieux représentée par une distribution triangulaire symétrique que rectangulaire. On obtient donc :

$$u(d_{env}) = \frac{0,015d_n}{100} \cdot \frac{10/2}{\sqrt{6}} \text{ mL/min} \quad (\text{Eq.3.16})$$

. incertitude-type $u(d_r)$ liée à la résolution de l'indication numérique du débit

La résolution R du dispositif indicateur de lecture instantanée des débits sous *LabVIEW* est de 0,01 mL/min. La valeur du débit qui produit une indication donnée X peut se situer avec une probabilité uniforme sur l'intervalle $[X-R/2 ; X+R/2]$. La résolution est donc associée à une loi de probabilité rectangulaire de largeur R entraînant une incertitude-type $u(d_r)$ telle que :

$$u(d_r) = \frac{0,01}{2\sqrt{3}} \text{ mL/min} \quad (\text{Eq.3.17})$$

. incertitude-type $u(d_c)$ liée à la controlabilité du régulateur de débit massique d'un gaz interférent

L'étude de la controlabilité d'un régulateur de débit massique, définie précédemment, fait appel aux méthodes de type A basées sur l'expérimentation et l'application de méthodes statistiques sur plusieurs séries d'observation. Pour deux des régulateurs de débit massique associés à un gaz interférent (hydrogène et dioxyde de carbone), plusieurs acquisitions de mesure de débits instantanés ont été effectuées sur des durées comprises entre 3 et 30 minutes (avec un relevé toutes les 5 secondes, soit une population comprise entre 36 et 360 valeurs) et à deux niveaux de débits différents : 4mL/min et 100 mL/min. La valeur de consigne minimale (4mL/min) a été choisie car

elle correspond à une teneur de 0,2% en gaz interférents (teneur minimale couramment utilisée lors de nos essais de caractérisation).

Si on prend le cas d'une acquisition avec un nombre n de valeurs indépendantes de débit instantané d_i (\bar{d} étant la moyenne de l'échantillon), l'estimateur de l'écart-type expérimental est donné par :

$$s = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (d_i - \bar{d})^2} \quad (\text{Eq.3.18})$$

Avec des séries ayant un nombre d'observations de n_1, n_2, \dots, n_k , on calcule alors des estimateurs de la variance de la population : $s_1^2, s_2^2, \dots, s_k^2$.

Une meilleure connaissance de la variance de la population totale peut être obtenue en calculant la variance accumulée, qui est une combinaison de ces différents estimateurs :

$$s^2 = \frac{(n_1 - 1)s_1^2 + (n_2 - 1)s_2^2 + \dots + (n_k - 1)s_k^2}{(n_1 - 1) + (n_2 - 1) + \dots + (n_k - 1)} \quad (\text{Eq.3.19})$$

L'application de ce raisonnement permet alors d'estimer la composante de controlabilité $u(d_c)$:

$$u(d_c) = s(\bar{d}) = \frac{s}{\sqrt{n}} \quad (\text{Eq.3.20})$$

Ce calcul ayant été effectué sur les valeurs obtenues à partir des mesures de débit de deux régulateurs, nous prendrons en compte la valeur de répétabilité la plus élevée des résultats obtenus (en valeur relative), ce qui maximalise l'incertitude associée à la controlabilité et permet d'appliquer cette valeur pour toute concentration considérée.

L'estimation de l'incertitude-type $u(d_{ci})$ liée à la controlabilité du régulateur de débit massique d'un gaz interférent est :

$$u(d_{ci}) = 0,077 \text{ mL/min} \quad (\text{Eq.3.21})$$

L'incertitude-type liée à la mesure du débit d_n par le régulateur associé au gaz interférent n peut être déterminé à partir d'une combinaison quadratique de ces différentes incertitudes-types :

$$u(d_n) = \sqrt{u(d_{p0})^2 + u(d_{pl})^2 + u(d_s)^2 + u(d_r)^2 + u(d_{env})^2 + u(d_{ci})^2} \quad (\text{Eq.3.22})$$

L'incertitude-type $u(d_r)$ liée à la résolution de l'indication numérique du débit étant négligeable devant les autres, elle ne sera pas prise en compte dans le calcul. On obtient alors :

$$u(d_n) = \left[\left(\frac{0,7d_n}{\frac{100}{\sqrt{3}}} \right)^2 + \left(\frac{0,2}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left(\frac{0,5d_n}{2\sqrt{3}} \right)^2 + \left(\frac{0,075d_n}{\sqrt{6}} \right)^2 + 0,077^2 \right]^{\frac{1}{2}} \quad (\text{Eq.3.23})$$

soit

$$u(d_n) = \sqrt{1,85 \cdot 10^{-5} d_n^2 + 0,0193} \quad (\text{Eq.3.24})$$

III-5-3-6 Incertitude-type liée aux spécifications fournisseur du régulateur de débit massique associé au gaz vecteur,

L'incertitude-type $u(d_A)$ diffère de $u(d_n)$ par :

- la précision de la mesure sur le pourcentage de la pleine échelle (0-1L/min pour le régulateur du gaz vecteur). L'incertitude-type associée à cette valeur de précision est :

$$u(d_{p0\text{-vecteur}}) = \frac{2}{\sqrt{3}} \text{ mL/min} \quad (\text{Eq. 3.25})$$

- l'estimation de l'incertitude-type $u(d_{cv})$ liée à la contrôlabilité du régulateur de débit massique du gaz vecteur. Pour ce régulateur de débit massique associé à un gaz vecteur, plusieurs acquisitions de mesure de débits instantanés ont été effectuées sur des durées comprises entre 3 et 30 minutes (avec un relevé toutes les 5 secondes, soit une population comprise entre 36 et 360 valeurs) et à deux niveaux de débits différents : 20mL/min et 100 mL/min. L'application du même raisonnement que pour le régulateur de gaz interférent (en prenant l'hypothèse d'un débit de gaz vecteur inférieur à 100mL/min) nous permet de donner une estimation de $u(d_{cv})$.

$$u(d_{cv}) = 0,104 \text{ mL/min} \quad (\text{Eq. 3.26})$$

L'incertitude-type liée à la mesure du débit d_A par le régulateur associé à un gaz vecteur peut être déterminée à partir d'une combinaison quadratique de ces différentes incertitudes-types :

$$u(d_A) = \sqrt{u(d_{p0\text{-vecteur}})^2 + u(d_{pl})^2 + u(d_s)^2 + u(d_{env})^2 + u(d_{cv})^2} \quad (\text{Eq. 3.27})$$

On obtient :

$$u(d_A) = \sqrt{1,85 \cdot 10^{-5} d_n^2 + 1,3442} \quad (\text{Eq. 3.28})$$

III-5-4 Calcul de l'incertitude-type composée associée à la valeur de concentration massique demandée par l'opérateur

En considérant que les grandeurs d'entrée sont indépendantes, l'application de la loi de propagation des incertitudes conduit au calcul de l'incertitude-type composée selon l'équation :

$$u_c^2(c_n) = \sum_{i=1}^k \left[\left(\frac{\partial c_n}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i) \right] \quad (\text{Eq. 3.29})$$

où

$u_c(c_n)$ est l'incertitude-type composée associée au mesurande du processus de mesure

x_i , $i=1$ à k sont les grandeurs dont dépend le mesurande

$\left(\frac{\partial c_n}{\partial x_i} \right)$ est le coefficient de sensibilité à la grandeur x_i de la valeur c_n

$u(x_i)$ est l'incertitude-type associée au paramètre x_i .

- **Dans le cas d'un mélange binaire sans vapeur d'eau** composé d'un gaz vecteur au débit d_A et d'un gaz interférent au débit d_n , l'incertitude-type composée associée à la concentration c_n du gaz interférent s'écrit :

$$u_c(c_n)_{\text{binaire}} = \sqrt{\left(\frac{\partial c_n}{\partial c_{0n,mas}}\right)^2 u^2(c_{0n,mas}) + \left(\frac{\partial c_n}{\partial d_n}\right)^2 u^2(d_n) + \left(\frac{\partial c_n}{\partial d_A}\right)^2 u^2(d_A)} \quad (\text{Eq.3.30})$$

Après avoir effectué le calcul des coefficients de sensibilité, la relation devient :

$$u_c(c_n) = \sqrt{\left(u(c_{0n,mas}) \frac{d_n}{d_A + d_n}\right)^2 + c_{0n,mas}^2 \frac{(d_A u(d_n))^2 + (d_n u(d_A))^2}{(d_A + d_n)^4}} \quad (\text{Eq.3.31})$$

avec

$$u(c_{0n,mas}) = 0,01 c_{0n,mol} \quad (\text{en mg/m}^3)$$

$$u(d_n) = \sqrt{1,85 \cdot 10^{-5} d_n^2 + 0,0193} \quad (\text{en mL/min})$$

$$u(d_A) = \sqrt{1,85 \cdot 10^{-5} d_n^2 + 1,3442} \quad (\text{en mL/min})$$

- **Dans le cas d'un mélange ternaire sans vapeur d'eau** composé d'un gaz vecteur au débit d_A et de deux gaz interférents aux débits d_n et d_m , l'incertitude-type composée associée à la concentration c_n d'un des gaz interférent s'écrit :

$$u_c(c_n)_{\text{ternaire}} = \sqrt{\left(u(c_{0n,mas}) \frac{d_n}{d_A + d_n + d_m}\right)^2 + c_{0n,mas}^2 \frac{((d_A + d_m)u(d_n))^2 + (d_n u(d_A))^2 + (d_n u(d_m))^2}{(d_A + d_n + d_m)^4}} \quad (\text{Eq.3.32})$$

$$\text{avec } u(d_m) = u(d_n) = \sqrt{1,85 \cdot 10^{-5} d_n^2 + 0,0193} \quad (\text{en mL/min})$$

III-5-5 Calcul de l'incertitude élargie

L'obtention de l'incertitude-type composée $u_c(c_n)$ pourrait a priori directement être utilisée pour exprimer l'incertitude sur la valeur c_n . Mais il est nécessaire de donner une incertitude qui définisse, autour de cette valeur, un intervalle à l'intérieur duquel on puisse avoir une large fraction de la distribution des valeurs qui pourrait être raisonnablement attribuée au mesurande. Pour cela, on utilise l'incertitude élargie $U(c_n)$, qui s'obtient en multipliant $u_c(c_n)$ par un facteur d'élargissement k :

$$U(c_n) = k \cdot u_c(c_n) \quad (\text{en mg/m}^3) \quad (\text{Eq.3.33})$$

On peut alors s'attendre à ce que l'intervalle $[c_n - U; c_n + U]$ comprenne la valeur vraie du mesurande, en choisissant le facteur d'élargissement k sur la base d'un niveau de confiance voulu.

Nous prendrons une valeur de $k=2$ qui revient conventionnellement à considérer l'intervalle précédent avec un niveau de confiance d'environ 95,45%.

III-5-6 Concentrations générées dans des mélanges gazeux binaires et leurs incertitudes élargies associées

Le tableau récapitulatif 3.2 prend l'exemple de dilutions couramment effectuées dans le cadre des caractérisations de micropoutres sans couche sensible en détection de mélanges gazeux binaires (voir IV-1), sous un débit total de mélange en sortie du réseau gaz de 100mL/min.

A chaque teneur, exprimée en %-mol, correspond :

- le débit d_A du gaz vecteur et son incertitude-type associée (en mL/min),
- le débit d_n du gaz interférent et son incertitude-type associée (en mL/min),
- la concentration massique des trois gaz interférents actuellement disponibles (hydrogène, hélium et dioxyde de carbone) dans les conditions standards de température et de pression et leur incertitude élargie associée (en mg/m³),
- l'incertitude élargie relative (en %).

Le tableau récapitulatif 3.3 prend l'exemple de dilutions couramment effectuées dans le cadre des caractérisations de micropoutres sans couches sensibles en détection d'un mélange gazeux ternaire composé d'azote, d'hydrogène et de dioxyde de carbone (voir IV-1). Dans cet exemple, la teneur en hydrogène est fixée sur 4 cycles de mesures à 2%, 1%, 0,6% et 0,2% et la teneur en CO₂ varie pour chacune des teneurs en hydrogène de 0,2% au maximum de concentration possible (la somme totale des teneurs de gaz interférents ne pouvant pas dépasser 5%). A chaque teneur des gaz interférents n et m , exprimées en %-mol, et pour un débit total de 100 mL/min correspond :

- le débit d_A du gaz vecteur et son incertitude-type associée (en mL/min),
- le débit d_n du gaz interférent n et son incertitude-type associée (en mL/min),
- le débit d_m du gaz interférent m et son incertitude-type associée (en mL/min),
- la concentration massique du gaz interférent n (ici l'hydrogène) dans les conditions standards de température et de pression et son incertitude élargie associée (en mg/m³),
- l'incertitude élargie relative (en %).

Tableau 3.2 : Caractéristiques de mélanges gazeux binaires (azote et gaz interférent) à différentes teneurs.

Teneur Souhaitée du gaz interférent (%-mol)	Débits volumiques correspondants pour les régulateurs de débit (mL/min) – Incertitudes-types associées (mL/min)				Concentration massique c_n des gaz interférents (mg/m ³) (15°C, Patm.)	Incertitude élargie $U(c_n)$ ($k=2$) (mg/m ³)	Incertitude relative (%)
	Gaz Vecteur d_A	Incertitude -type $u(d_A)$	Gaz interférent d_n	Incertitude -type $u(d_n)$			
4% H ₂	20,32	1,16	79,68	0,37	3410,39	104,80	3,07
4% CO ₂	19,68		80,32		74464,34	2287,70	3,07
4% He	18,65		81,35		6771,15	207,96	3,07
3% H ₂	40,24	1,17	59,76	0,29	2557,79	79,46	3,11
3% CO ₂	39,76		60,24		55848,25	1734,36	3,11
3% He	38,99		61,01		5078,58	157,62	3,10
2% H ₂	60,16	1,19	39,84	0,22	1705,19	54,16	3,18
2% CO ₂	59,84		40,16		37232,17	1181,96	3,17
2% He	59,32		40,68		3385,72	107,41	3,17
1% H ₂	80,08	1,21	19,92	0,16	852,60	29,00	3,40
1% CO ₂	79,92		20,08		18616,08	632,53	3,40
1% He	76,66		20,34		1692,86	57,41	3,39
0,6% H ₂	88,05	1,22	11,95	0,15	511,56	19,62	3,84
0,6% CO ₂	87,95		12,05		11169,65	427,36	3,83
0,6% He	87,80		12,20		1015,72	38,69	3,81
0,5% H ₂	90,04	1,22	9,96	0,15	426,30	17,52	4,11
0,5% CO ₂	89,96		10,04		9308,04	381,20	4,10
0,5% He	89,63		10,17		846,43	34,45	4,07
0,2% H ₂	96,02	1,23	3,98	0,14	170,52	12,71	7,45
0,2% CO ₂	95,98		4,02		3723,22	275,76	7,41
0,2% He	95,93		4,07		338,57	24,81	7,33

Teneur souhaitée des gaz interférents (%-mol)		Débits volumiques correspondants pour les régulateurs de débit (mL/min) – Incertitudes-types associées (mL/min)						Concentration massique c_n du gaz interférent n (mg/m ³) (15°C, Patm.)	Incertitude élargie $U(c_n)$ (k=2) (mg/m ³)	Incertitude relative (%)
Gaz n	Gaz m	Gaz Vecteur d_A	Incertitude-type $u(d_A)$	Gaz interférent d_n	Incertitude-type $u(d_n)$	Gaz interférent d_m	Incertitude-type $u(d_m)$			
2% H ₂	3% CO ₂	0,00	-	39,84	0,22	60,16	0,29	1705,19	37,31	2,19
2% H ₂	2% CO ₂	20,00	1,16			40,16	0,22		54,05	3,17
2% H ₂	1% CO ₂	40,08	1,17			20,08	0,16		54,05	3,17
2% H ₂	0,5% CO ₂	50,12	1,18			10,04	0,15		54,17	3,18
2% H ₂	0,2% CO ₂	56,14	1,18			4,02	0,14		54,28	3,18
1% H ₂	4% CO ₂	0,00	-	19,92	0,16	80,08	0,37	852,60	21,36	2,50
1% H ₂	3% CO ₂	19,84	1,16			60,24	0,29		28,88	3,39
1% H ₂	2% CO ₂	39,92	1,17			40,16	0,22		28,80	3,38
1% H ₂	1% CO ₂	60,00	1,19			20,08	0,16		28,88	3,39
1% H ₂	0,5% CO ₂	70,04	1,20			10,04	0,15		28,97	3,40
1% H ₂	0,2% CO ₂	76,06	1,20	4,02	0,14	29,04	3,41			
0,6% H ₂	4,4% CO ₂	0,00	-	11,95	0,15	88,05	0,40	511,56	15,69	3,07
0,6% H ₂	3% CO ₂	27,81	1,17			60,24	0,29		19,51	3,81
0,6% H ₂	2% CO ₂	47,89	1,18			40,16	0,22		19,48	3,81
0,6% H ₂	1% CO ₂	67,97	1,20			20,08	0,16		19,54	3,82
0,6% H ₂	0,5% CO ₂	78,01	1,21			10,04	0,15		19,59	3,83
0,6% H ₂	0,2% CO ₂	84,03	1,21	4,02	0,14	19,64	3,84			
0,2% H ₂	4,8% CO ₂	0,00	-	3,98	0,14	96,02	0,44	170,52	12,09	7,09
0,2% H ₂	3% CO ₂	35,77	1,17			60,24	0,29		12,68	7,44
0,2% H ₂	2% CO ₂	55,86	1,18			40,16	0,22		12,68	7,44
0,2% H ₂	1% CO ₂	75,94	1,20			20,08	0,16		12,69	7,44
0,2% H ₂	0,5% CO ₂	85,98	1,21			10,04	0,15		12,49	7,32
0,2% H ₂	0,2% CO ₂	92,00	1,23	4,02	0,14	12,71	7,46			

Tableau 3.3 : Caractéristiques de mélanges gazeux ternaires (azote et deux gaz interférents) à différentes teneurs.

III-6 Validation du principe de dilution du réseau gaz

Dans le cadre de l'étude concernant l'estimation des incertitudes liées aux valeurs attendues de concentrations massiques d'un ou plusieurs constituants du mélange de gaz sans vapeur d'eau, j'ai bénéficié du prêt d'un analyseur de concentration massique pour les gaz hydrogène et dioxyde de carbone, calibré à l'aide des bouteilles de ces mêmes gaz identifiées dans la section II-2-2. Le dernier étalonnage de l'analyseur datant de mars 2007 et le certificat n'étant plus disponible, il est difficile d'estimer l'exactitude des mesures de concentration générées, d'autant plus que les prescriptions constructeur recommandent un étalonnage annuel de l'appareil. Les résultats des mesures sont donc donnés à titre indicatif et une description du principe de comparaison est résumée en suivant.

Analyseur utilisé :

- Marque : *ABISS*
- Type : *Valigaz 124*
- Détecteur CO₂ : capteur infrarouge linéaire. Echelle : 0 à 30% - résolution : 0,2%.
- Détecteur H₂ : capteur catharométrique à conductibilité thermique. Echelle : 0 à 30% - résolution : 0,2%.

- Principe de mesure :

L'azote pur est envoyé sous une pression de 3 bars en entrée « gaz de référence » de l'analyseur. Un réglage du zéro est alors effectué après 5 minutes d'utilisation. La sortie bouteille du gaz interférent (CO₂, puis H₂) est reliée en entrée « gaz à contrôler » de l'analyseur pour effectuer une calibration à une teneur de 5%, à l'aide d'un potentiomètre réglable. Une durée de calibration d'une minute, sous une pression de 3 bar, est suffisante pour chaque gaz. La sortie du réseau gaz est ensuite reliée à l'entrée « gaz à contrôler » de l'analyseur.

Les dilutions ont été réalisées sur des mélanges N₂/H₂ et N₂/CO₂ aux teneurs en gaz interférents suivantes : 4%, 3%, 2%, 1%, 0,6% et 0,2%.

- Résultats :

Pour ces différentes teneurs et avec les deux mélanges testés, l'écart maximal relevé entre une consigne de concentration massique sous *LabVIEW* et la lecture de l'analyseur est de 0,2%. Ces résultats confortent le principe de dilution du réseau gaz en utilisant de l'azote comme gaz vecteur. Néanmoins, lors des caractérisations de micropoutres sous différents environnements gazeux, l'utilisation de l'air reconstitué en gaz vecteur montre des résultats sensiblement différents de ceux obtenus avec de l'azote et cette différence ne s'explique pas, pour le moment, avec le modèle théorique utilisé (voir IV-4-4).

On peut alors s'interroger sur l'exactitude de la mesure de débit suivant que le régulateur de débit massique du gaz vecteur est utilisé avec de l'azote ou avec de l'air reconstitué. D'après la société *Serv'Instrumentation*, il n'y a pas lieu d'envisager une correction sur le débit donné par ce régulateur lorsqu'il est utilisé avec de l'air en lieu et place de l'azote. Cette affirmation mérite cependant d'être vérifiée sur la base des méthodes de détermination de décalage d'échelle, présentées dans la section II-2-3-1.

La première méthode la plus directe donne, en annexe du manuel d'utilisation des régulateurs de débit massique, un facteur de conversion de l'air atmosphérique par rapport à l'azote de 0,998.

Ce facteur est donné sans niveau de confiance, sans mention particulière de température et de pression, et pour de l'air atmosphérique dont la composition est différente de celle de l'air reconstitué utilisé dans le réseau gaz. Nous emploierons alors la deuxième méthode, qui utilise le

rapport de la capacité thermique molaire des deux gaz aux conditions de température et de pression du procédé.

A l'aide d'une table thermodynamique spécifique (voir *annexe 3*), nous obtenons la valeur moyenne de la capacité thermique molaire $\overline{C_p}$ de gaz parfaits (en $\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$) en fonction de la température T (en K), sous la forme d'un polynôme du troisième degré. Les valeurs des capacités thermiques molaires de l'azote et de l'oxygène en fonction de la température, données avec des incertitudes relatives respectives de 0,34% et 0,28%, sont alors :

$$\overline{C_{p-N_2}} = 28,90 - 0,1571 \cdot 10^{-2} T + 0,8081 \cdot 10^{-5} T^2 - 2,873 \cdot 10^{-9} T^3 \quad (\text{Eq.3.34})$$

$$\overline{C_{p-O_2}} = 25,48 + 1,520 \cdot 10^{-2} T - 0,7155 \cdot 10^{-5} T^2 + 1,312 \cdot 10^{-9} T^3 \quad (\text{Eq.3.35})$$

En supposant que la température des gaz circulant dans le réseau soit comprise entre 10°C et 30°C, nous pouvons calculer les valeurs moyennes des capacités thermiques molaires de l'azote, de l'oxygène à ces deux températures. On en déduit la valeur moyenne de la capacité de l'air reconstitué suivant l'équation 3.36 :

$$\overline{C_{p-Air.r}} = 0,8\overline{C_{p-N_2}} + 0,2\overline{C_{p-O_2}} \quad (\text{Eq.3.36})$$

Les facteurs de conversion de l'air reconstitué par rapport à l'azote peuvent alors être déterminés (*tableau 3.4*).

Température	T=10°C	T=30°C
$\overline{C_{p-N_2}}$ ($\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)	29,0378	29,0864
$\overline{C_{p-O_2}}$ ($\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)	29,2400	29,4669
$\overline{C_{p-Air.r}}$ ($\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)	29,0783	29,1625
Facteur de conversion	0,9986	0,9974

Tableau 3.4 : Capacités thermiques molaires de l'azote, de l'oxygène et de l'air reconstitué et facteur de conversion de l'air reconstitué par rapport à l'azote, à T=10°C et T=30°C.

Le facteur de conversion mentionné par *Brooks* est ainsi cohérent avec les valeurs calculées précédemment pour des températures extrêmes de génération d'azote et d'air reconstitué avec le réseau gaz. L'exactitude de la mesure de débit par le régulateur de débit massique du gaz vecteur fonctionnant avec de l'air reconstitué diffère de moins de 0,25% par rapport à la mesure effectuée avec de l'azote, pour un débit de gaz vecteur inférieur à 100 mL/min avec un facteur de conversion de 0,9974.

Cet écart est négligeable devant les incertitudes liées au débit et à la concentration massique d'un ou plusieurs gaz interférent(s) dans la cellule de mesure (voir tableaux 3.2 et 3.3).

Nous pouvons alors, dans un premier temps, écarter l'hypothèse de l'incidence du fonctionnement du régulateur suivant la nature du gaz vecteur, pouvant expliquer la différence des résultats obtenus lors de l'utilisation de l'air reconstitué en lieu et place de l'azote pour les détections gazeuses avec les micropoutres.

CHAPITRE IV- UTILISATION DE MICROPOUTRES SANS COUCHE SENSIBLE POUR LA DETECTION D'ESPECES GAZEUSES

IV-1 Situation actuelle et objectifs des détections gazeuses

Dans le premier chapitre de ce mémoire, nous avons vu que l'utilisation de micropoutres sans couche sensible permet de sonder les propriétés physiques de son environnement, notamment par la détection de variations de masse volumique et de viscosité.

Les travaux réalisés jusqu'à présent à l'IMS sur ce sujet ont consisté à caractériser, sous différents environnements, la réponse de micropoutres sans couche sensible et à trouver un modèle simplifié permettant de prédire et d'optimiser le principe de détection. Des formules mathématiques spécifiques, intégrant notamment l'expression de fonctions hydrodynamiques simplifiées, ont permis de poser des modèles analytiques simples, définissant les variations théoriques de fréquence de résonance et de facteur de qualité lors de modifications physiques du fluide environnant la micropoutre. Ces modèles ont notamment contribué à optimiser les dimensions des micropoutres afin d'augmenter la sensibilité pour la détection de ces variations.

Récemment, S.TETIN [28] a démontré la possibilité de déterminer les concentrations d'un mélange binaire de gaz à partir du suivi de la fréquence de résonance et du facteur de qualité de micropoutres de différentes dimensions. Ses principales caractérisations ont été effectuées avec l'ancien réseau gaz, en générant des mélanges azote/hélium et azote/dioxyde de carbone dans la chambre de mesure d'une micropoutre, sous débit contrôlé. Pour les mélanges de gaz générés, les concentrations massiques minimales testées étaient 0,5% pour l'hélium et 1% pour le dioxyde de carbone. La possibilité d'une détection de variation de masse volumique de 150mg/m^3 a été démontrée. Il a également observé que la sensibilité vis-à-vis de la masse volumique du fluide est accrue pour les rapports largeur sur épaisseur (b/h) importants (Fig.4.1) et que la sensibilité vis-à-vis de la viscosité est optimale pour des poutres longues, fines et étroites.

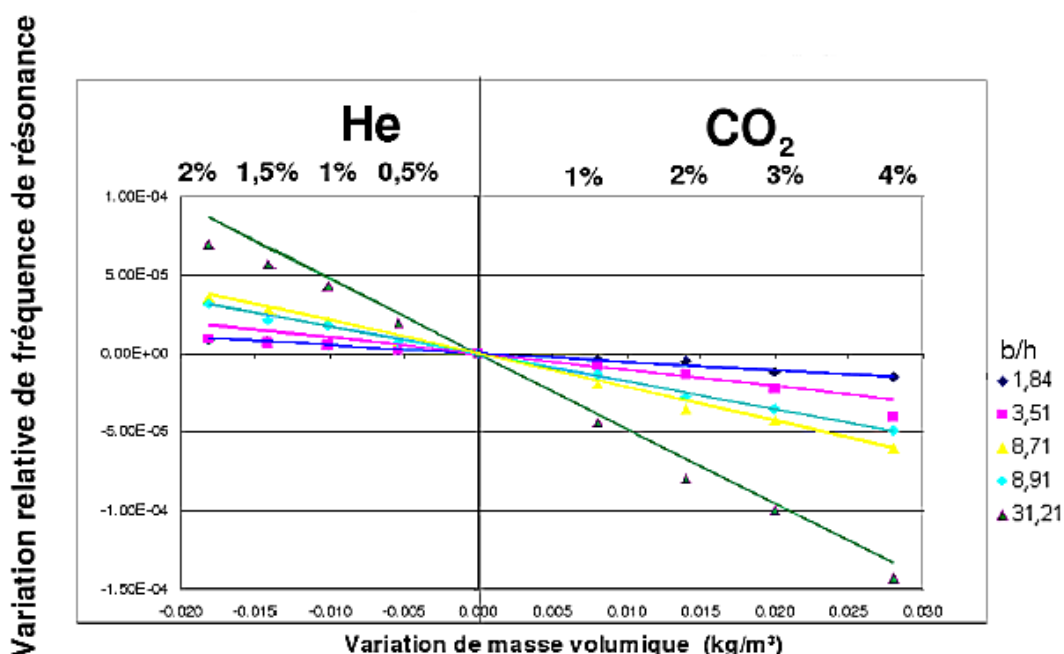


Figure 4.1 : Variations relatives de fréquence de résonance en fonction de la masse volumique du fluide [28].

En négligeant les changements de viscosité, les pentes de chacune des courbes, représentant le rapport de la variation relative de fréquence de résonance et de la variation de la masse volumique

du gaz, ont été estimées grâce à des régressions linéaires puis comparées avec le modèle théorique. L'écart maximal obtenu est de 5.10^{-4} en relatif.

De même, l'étude des variations relatives du facteur de qualité en fonction des variations relatives de masses volumiques a donné une bonne corrélation entre le modèle et l'expérience.

L'instrumentation relative à la détection, l'acquisition et l'analyse fréquentielle du signal était tout d'abord composée d'un phasemètre pour le suivi d'un seul point de fréquence, puis d'un analyseur gain-phase pour l'analyse précise du (ou des) pic(s) de résonance et du suivi de fréquences de résonance sur un spectre d'étendue variable autour de la résonance. Les traitements des données de mesure ont nécessité au préalable l'obtention d'un signal non bruité, fidèle et exploitable afin de pouvoir effectuer des comparaisons avec plusieurs échantillons sous les mêmes conditions. Ils ont principalement été réalisés sous le système d'exploitation *Linux*, à l'aide de logiciels statistiques (notamment *Octave* et *R*) qui permettent d'analyser aisément et rapidement un grand nombre de résultats.

Deux méthodes de traitement des données ont été testées :

- régressions sur l'amplitude ou la phase
- suivi de phase à fréquence fixe

Les résultats provenant du suivi de phase à fréquence fixe ont permis d'atteindre des bruits de mesures plus faibles et des vitesses d'exécution de programme plus rapides.

Dans la continuité des caractérisations réalisées avec des micropoutres sans couche sensible, mon travail est essentiellement basé sur la détection de concentrations, dans des nouveaux mélanges gazeux binaires et ternaires, pouvant être constitués par un ou plusieurs des gaz suivants : hydrogène, dioxyde de carbone, azote et air synthétique. La température et l'humidité à l'intérieur de la cellule de mesure étant des paramètres influents sur la réponse dynamique de la micropoutre, il serait intéressant d'évaluer et de contrôler ces deux grandeurs. Les générateurs de vapeur et les thermo-hygromètres du réseau gaz constituent alors la base d'une instrumentation nécessaire à leur étude. La réalisation ou l'achat d'une chambre de mesure génératrice de chaleur ou d'un cordon chauffant, intégrant le logement d'une micropoutre câblée, une sonde thermo-hygrométrique et des conduites spécifiques à une circulation et une homogénéisation optimale des gaz, sera envisagée.

Comme précédemment, l'objectif est de confronter les mesures aux modèles analytiques et d'interpréter les résultats en terme de sensibilité, bruit de mesure et facteur de qualité. A terme, l'objectif des caractérisations de micropoutres sans couche sensible étant de pouvoir contrôler en temps réel les propriétés physiques d'un mélange de fluides afin de s'assurer de la bonne composition de celui-ci.

Cette étude est également mise à profit dans l'élaboration d'un projet de l'*ANDRA*⁽¹⁾, destiné d'ici quelques années à contrôler à l'aide d'un capteur performant et fiable dans le temps des concentrations d'hydrogène et de dioxyde de carbone dans un stockage souterrain contenant des éléments radioactifs. A ce titre, deux ou trois types de micropoutres d'épaisseurs comprises entre 10 et 100 μ m seront sélectionnés pour leur grande sensibilité envers les variations de masse volumique d'un constituant gazeux.

Les micropoutres retenues précédemment seront testées à température ambiante sous différentes concentrations d'hydrogène dans de l'azote sec, puis dans de l'air reconstitué.

(1) : Agence nationale pour la gestion des déchets radioactifs

Le projet de l'ANDRA prévoit également :

- des essais avec des mélanges ternaires du type azote-hydrogène-dioxyde de carbone, puis air-hydrogène-dioxyde de carbone ;
- une étude de l'influence de l'humidité sur la réponse des micropoutres, en générant de la vapeur d'eau (20, 50 et 70%HR) qui sera introduite dans les mélanges pré-cités ;
- une étude de l'influence de la température sur la réponse des micropoutres, en générant une température de 20°C à 80°C dans la chambre de mesure.

La mise en œuvre expérimentale sera identique à celle utilisée par S.TETIN avec l'analyseur gain-phase *HP4194* et la méthode du suivi de phase à fréquence fixe est retenue pour le traitement des données. L'exploitation et la présentation des résultats seront développées dans des classeurs *Excel*. Une analyse préliminaire des différents modèles analytiques, incluant la fonction de transfert et l'expression de la fréquence de résonance et de ses variations en fonction de la composition du fluide environnant, est présentée dans ce chapitre, avant d'aborder la mise en œuvre du système d'acquisition et de traitement des mesures.

IV-2 Modèles théoriques

IV-2-1 Equations de base

L'équation différentielle du mouvement, pour une modélisation sans pertes et dans le vide avec l'hypothèse d'une section constante le long d'une micropoutre homogène, a été vue dans le premier chapitre de ce mémoire (*Eq. 1.1*).

La détermination de l'influence des pertes permet d'obtenir une caractérisation plus complète du comportement de la micropoutre autour de la fréquence de résonance. Elle sert également à choisir les dimensions appropriées des micropoutres de manière à optimiser le facteur de qualité (*I-2-6*). Mais la résolution de l'équation différentielle du mouvement incluant ces différentes pertes constitue une tâche bien trop complexe.

Une approche alternative et intéressante peut néanmoins s'envisager en prenant en compte les effets visqueux et inertiels du fluide sur la réponse fréquentielle d'une micropoutre.

L'équation différentielle comporte alors un second membre, modélisant cet effet (*Eq. 4.1*).

$$E_1 I \frac{\partial^4}{\partial x^4} w(x,t) + \mu \frac{\partial^2}{\partial t^2} w(x,t) = F_{exc}(x,t) + F_{fluid}(x,t) \quad (Eq.4.1)$$

avec

- $w(x,t)$ l'amplitude de vibration en x au temps t (m),
- E_1 le module de Young du silicium (Pa),
- I le moment quadratique de la section d'abscisse x par rapport à l'axe z ($I=bh^3/12$) (m^4),
- F_{exc} la force linéique excitatrice assurant les vibrations ($N.m^{-1}$),
- F_{fluid} la force linéique de rappel exercée par le fluide sur la micropoutre ($N.m^{-1}$),
- $\mu = m/L$ est la masse par unité de longueur, m étant la masse totale de la poutre (kg/m).

La recherche de la force hydrodynamique exercée par le fluide sur la poutre est indispensable à la résolution de cette équation. Une modélisation de cette force issue de la vibration d'une micropoutre a été proposée par J.E SADER en 1998 [45], dont l'avantage est de considérer à la fois les aspects inertiels et dissipatifs dans le fluide (*Eq. 4.2*).

$$F_{fluid}(x,t) = -g_1(x,t) \frac{\partial w(x,t)}{\partial t} - g_2(x,t) \frac{\partial^2 w(x,t)}{\partial t^2} \quad (Eq.4.2)$$

Elle est définie comme la résultante des contraintes normales et tangentielles (pression hydrodynamique et contraintes visqueuses) exercées sur toutes les surfaces immergées de la micropoutre. Le premier terme proportionnel à la vitesse et s'opposant à celle-ci témoigne de la dissipation de l'énergie cinétique de la poutre par frottement visqueux. Le second terme inertiel illustre l'alourdissement de la micropoutre par la couche de fluide qu'elle déplace.

Les termes \underline{g}_1 et \underline{g}_2 peuvent s'exprimer en fonction des parties réelles et imaginaires de la fonction hydrodynamique $\underline{\Gamma}$ (Eq.4.3 et Eq.4.4).

$$\underline{g}_1 = \frac{\pi^2 \rho_f b^2 f}{2} \underline{\Gamma}_i(f) \quad (Eq.4.3)$$

$$\underline{g}_2 = \frac{\pi \rho_f b^2}{4} \underline{\Gamma}_r(f) \quad (Eq.4.4)$$

avec

f la fréquence de vibration dans le fluide (Hz), b la largeur de la micropoutre (m), ρ_f la masse volumique du fluide (kg/m³), $\underline{\Gamma}_r(f)$ et $\underline{\Gamma}_i(f)$ les parties réelles et imaginaires de la fonction hydrodynamique $\underline{\Gamma}$.

Remarque : les fonctions soulignées sont définies dans le domaine fréquentiel.

Dans le cas d'une micropoutre rectangulaire, les parties réelles et imaginaires de la fonction hydrodynamiques peuvent être approximées par les expressions de MAALI [46] :

$$\underline{\Gamma}_r = a_1 + a_2 \frac{\delta}{b} \quad \text{et} \quad \underline{\Gamma}_i = b_1 \frac{\delta}{b} + b_2 \left(\frac{\delta}{b}\right)^2 \quad (Eq.4.5)$$

avec a_1 , a_2 , b_1 et b_2 les paramètres de MAALI :

$a_1=1,0553$, $a_2 = 3,7997$, $b_1= 3,8018$ et $b_2 = 2,7364$ pour une gamme de nombre de Reynolds R_e telle que $R_e \in [1 ; 1000]$. Sachant que $\frac{\delta}{b} = \frac{1}{\sqrt{2R_e}}$, ceci correspond donc à une gamme $\frac{\delta}{b} \in [0,022 ;$

0,707].

δ est l'épaisseur de la fine couche visqueuse entourant la poutre au delà de laquelle la vitesse a diminué d'un facteur $1/e = 0,37$ (Eq.4.6)

$$\delta = \sqrt{\frac{\eta}{\pi \rho_f f}} \quad (Eq.4.6)$$

η est la viscosité du fluide environnant (Pa.s)

IV-2-2 Fonction de transfert et fréquence de résonance

La fonction de transfert mécanique est le rapport de l'amplitude des vibrations sur la force d'excitation. Elle est définie de la manière suivante :

$$\underline{H}(L, \omega) = \frac{\underline{w}(L, \omega)}{\underline{F}(L, \omega)} \quad (Eq.4.7)$$

où $\underline{w}(L, \omega)$ est l'amplitude de vibration en bout de poutre, $\underline{H}(L, \omega)$ la fonction de transfert mécanique et $\underline{F}(L, \omega)$ la force d'excitation en bout de poutre.

La forme canonique complexe dans le domaine fréquentiel de la fonction de transfert mécanique se simplifie pour des basses fréquences ne faisant pas intervenir les modes d'ordres supérieurs (Eq.4.8).

$$\underline{H}(L, f) \approx \frac{H_0}{1 - \left(\frac{f}{f_0}\right)^2 + 2\xi \frac{f}{f_0} j} \quad (\text{Eq.4.8})$$

avec H_0 la valeur statique de la fonction de transfert, f_0 la fréquence propre de vibration de la micropoutre dans le fluide et ξ le coefficient d'amortissement dans le fluide.

Cette équation est valable en milieu gazeux ou pour des liquides peu visqueux, en supposant que les fonctions \underline{g}_1 et \underline{g}_2 sont constantes pour la gamme considérée de fréquence autour de la fréquence propre f_0 . La dynamique de la poutre fait alors apparaître :

- la fréquence propre f_0 , définie pour un système du deuxième ordre comme la fréquence des oscillations de la réponse impulsionnelle dans leur partie transitoire. Son expression est la suivante :

$$f_0 = \frac{f_{0,vide}}{\sqrt{1 + \frac{\underline{g}_2(f_0)}{\mu}}} \quad (\text{Eq.4.9})$$

où $f_{0,vide}$ est la fréquence de résonance de la micropoutre seule dans le vide (Eq.1.11).

- le coefficient d'amortissement ξ permet d'estimer l'excitation du système et caractérise ainsi l'interaction mécanique entre le fluide et la micropoutre. Son expression est la suivante :

$$\xi = \frac{\underline{g}_1(f_0)}{4\pi f_{0,vide} \mu \sqrt{1 + \frac{\underline{g}_2(f_0)}{\mu}}} \quad (\text{Eq.4.10})$$

Le module de la fonction de transfert s'écrit $|H|$ avec :

$$|H|^2 = \frac{H_0^2}{\left(1 - \frac{f^2}{f_0^2}\right)^2 + 4\xi^2 \frac{f^2}{f_0^2}} \quad (\text{Eq.4.11})$$

On obtient alors :

$$\frac{d|H|^2}{df} = -H_0^2 \frac{2\left(1 - \frac{f^2}{f_0^2}\right)\left(\frac{-2f}{f_0^2}\right) + 8\xi^2 \frac{f}{f_0^2}}{\left[\left(1 - \frac{f^2}{f_0^2}\right)^2 + 4\xi^2 \frac{f^2}{f_0^2}\right]^2} = 4H_0^2 \frac{f}{f_0^2} \frac{\left(1 - \frac{f^2}{f_0^2}\right) - 2\xi^2}{\left[\left(1 - \frac{f^2}{f_0^2}\right)^2 + 4\xi^2 \frac{f^2}{f_0^2}\right]^2} \quad (\text{Eq.4.12})$$

La fréquence de résonance est définie comme étant la fréquence de la force d'excitation pour laquelle l'amplitude de la fonction de transfert est maximale. Or, le module de la fonction de transfert est maximum pour :

$$\frac{d|H|^2}{df} = 0 \quad (\text{Eq.4.13})$$

c'est-à-dire pour la fréquence de résonance $f = f_r$, qui vérifie l'équation :

$$\left(1 - \frac{f_r^2}{f_0^2}\right) - 2\xi^2 = 0 \quad (\text{Eq.4.14})$$

On obtient alors :

$$f_r = f_0 \sqrt{1 - 2\xi^2} \quad (\text{Eq.4.15})$$

Le facteur de qualité Q , défini dans la section I-2-6, peut être défini à partir du coefficient d'amortissement ξ :

$$Q = \frac{1}{2\xi} = \frac{2\pi \sqrt{1 + \frac{g_2}{\mu}}}{\frac{g_1}{\mu}} f_{0,vide} \quad (\text{Eq.4.16})$$

La fréquence de résonance de la micropoutre dans le fluide peut alors s'exprimer :

$$f_r = f_{0,vide} \frac{\sqrt{1 - \frac{1}{2Q^2}}}{\sqrt{1 + \frac{g_2}{\mu}}} \quad (\text{Eq.4.17})$$

IV-2-3 Variation relative de la fréquence propre

D'après les équations 4.9 et 4.10, nous pouvons voir qu'une modification de la densité et de la viscosité du fluide environnant modifie via les termes g_1 et g_2 la fréquence propre et le coefficient d'amortissement de la micropoutre. Par conséquent, la fréquence de résonance et le facteur de qualité sont également modifiés (Eq.4.16 et Eq.4.17).

Nous avons vu que la valeur de la fréquence de résonance est sensiblement égale à la valeur de la fréquence propre pour des faibles coefficients d'amortissement et donc pour des micropoutres à fort facteur de qualité (Eq.4.15). Néanmoins, la méthode de traitement de données utilisée est basée sur la variation relative de fréquence propre de la micropoutre dans le fluide (voir IV-3-2-2). Il est alors plus judicieux de déterminer l'expression théorique de la variation relative de fréquence propre plutôt que de la variation de fréquence de résonance et d'en déduire ainsi les grandeurs les plus influentes.

D'après l'équation 4.9, la variation relative de fréquence propre peut s'écrire :

$$\frac{df_0}{f_0} = -\frac{1}{2} \frac{d\left(1 + \frac{g_2}{\mu}\right)}{1 + \frac{g_2}{\mu}} = \frac{1}{2\mu} \frac{dg_2}{1 + \frac{g_2}{\mu}} \quad (\text{Eq.4.18})$$

D'après l'expression de g_2 donnée par l'équation 4.4, et l'expression de la partie réelle de la fonction hydrodynamique donnée par les équations 4.5 et 4.6, on obtient :

$$\frac{d\underline{g}_2}{\underline{g}_2} = \frac{d\rho_f}{\rho_f} + \frac{a_2\delta}{2b} \frac{1}{a_1 + a_2 \frac{\delta}{b}} \left(\frac{d\eta}{\eta} - \frac{d\rho_f}{\rho_f} - \frac{df_0}{f_0} \right) \quad (\text{Eq.4.19})$$

donc :

$$\frac{df_0}{f_0} = -\frac{\underline{g}_2}{2(\mu + \underline{g}_2)} \left(\frac{d\rho_f}{\rho_f} + \frac{a_2\delta}{2b} \frac{1}{a_1 + a_2 \frac{\delta}{b}} \left(\frac{d\eta}{\eta} - \frac{d\rho_f}{\rho_f} - \frac{df_0}{f_0} \right) \right) \quad (\text{Eq.4.20})$$

ce qui s'écrit :

$$\frac{df_0}{f_0} = -\frac{\underline{g}_2}{2(\mu + \underline{g}_2)} \left(\left(1 - \frac{a_2\delta}{2b} \frac{1}{a_1 + a_2 \frac{\delta}{b}} \right) \frac{d\rho_f}{\rho_f} + \left(\frac{a_2\delta}{2b} \frac{1}{a_1 + a_2 \frac{\delta}{b}} \right) \left(\frac{d\eta}{\eta} - \frac{df_0}{f_0} \right) \right) \quad (\text{Eq.4.21})$$

En regroupant les termes en $\frac{df_0}{f_0}$, on obtient :

$$\left(1 - \frac{\underline{g}_2}{2(\mu + \underline{g}_2)} \frac{a_2\delta}{2b} \frac{1}{a_1 + a_2 \frac{\delta}{b}} \right) \frac{df_0}{f_0} = -\frac{\underline{g}_2}{2(\mu + \underline{g}_2)} \left(\left(1 - \frac{a_2\delta}{2b} \frac{1}{a_1 + a_2 \frac{\delta}{b}} \right) \frac{d\rho_f}{\rho_f} + \left(\frac{a_2\delta}{2b} \frac{1}{a_1 + a_2 \frac{\delta}{b}} \right) \frac{d\eta}{\eta} \right) \quad (\text{Eq.4.22})$$

ce qui s'écrit aussi :

$$\left(a_1 + a_2 \frac{\delta}{b} - \frac{\underline{g}_2}{2(\mu + \underline{g}_2)} \frac{a_2\delta}{2b} \right) \frac{df_0}{f_0} = -\frac{\underline{g}_2}{2(\mu + \underline{g}_2)} \left(\left(a_1 + \frac{a_2\delta}{2b} \right) \frac{d\rho_f}{\rho_f} + \left(\frac{a_2\delta}{2b} \right) \frac{d\eta}{\eta} \right) \quad (\text{Eq.4.23})$$

La variation relative de fréquence propre s'exprime donc :

$$\frac{df_0}{f_0} = -\frac{\frac{\underline{g}_2}{2(\mu + \underline{g}_2)}}{a_1 + a_2 \frac{\delta}{b} - \frac{\underline{g}_2}{2(\mu + \underline{g}_2)} \frac{a_2\delta}{2b}} \left(\left(a_1 + a_2 \frac{\delta}{2b} \right) \frac{d\rho_f}{\rho_f} + \left(a_2 \frac{\delta}{2b} \right) \frac{d\eta}{\eta} \right) \quad (\text{Eq.4.24})$$

En remplaçant \underline{g}_2 par son expression donnée par les équations 4.4, 4.5 et 4.6, on obtient :

$$\frac{\underline{g}_2}{2(\mu + \underline{g}_2)} = \frac{\frac{\pi\rho_f b^2}{8\mu} \left(a_1 + a_2 \frac{\delta}{b} \right)}{1 + \frac{\pi\rho_f b^2}{4\mu} \left(a_1 + a_2 \frac{\delta}{b} \right)} \quad (\text{Eq.4.25})$$

Donc

$$\frac{\frac{\underline{g}_2}{2(\mu + \underline{g}_2)}}{a_1 + a_2 \frac{\delta}{b} - \frac{\underline{g}_2}{2(\mu + \underline{g}_2)} \frac{a_2\delta}{2b}} = \frac{\frac{\pi\rho_f b^2}{8\mu}}{1 + \frac{\pi\rho_f b^2}{4\mu} \left(a_1 + a_2 \frac{\delta}{b} \right) - \frac{\pi\rho_f b^2}{8\mu} a_2 \frac{\delta}{2b}} = \frac{\frac{\pi\rho_f b^2}{8\mu}}{1 + \frac{\pi\rho_f b^2}{4\mu} \left(a_1 + \frac{3a_2\delta}{4b} \right)} \quad (\text{Eq.4.26})$$

Or $\mu = m/L = \rho b h$ avec ρ la masse volumique du silicium en kg/m^3 (voir Eq.1.10).

On obtient alors :

$$\frac{\frac{\underline{g}_2}{2(\mu + \underline{g}_2)}}{a_1 + a_2 \frac{\delta}{b} - \frac{\underline{g}_2}{2(\mu + \underline{g}_2)} a_2 \frac{\delta}{2b}} = \frac{\frac{\pi \rho_f b}{8 \rho h}}{1 + \frac{\pi \rho_f b}{4 \rho h} \left(a_1 + \frac{3 a_2 \delta}{4b} \right)} \quad (\text{Eq.4.27})$$

En réinjectant cette expression dans l'équation 4.24, la variation relative de fréquence propre s'exprime alors ainsi :

$$\frac{df_0}{f_0} = - \frac{\frac{\pi \rho_f b}{8 \rho h}}{1 + \frac{\pi \rho_f b}{4 \rho h} \left(a_1 + \frac{3 a_2 \delta}{4b} \right)} \left(\left(a_1 + a_2 \frac{\delta}{2b} \right) \frac{d\rho_f}{\rho_f} + \left(a_2 \frac{\delta}{2b} \right) \frac{d\eta}{\eta} \right) \quad (\text{Eq.4.28})$$

avec

f_0 la fréquence propre de la micropoutre dans le fluide (en Hz),

ρ la masse volumique de la micropoutre (en kg/m^3),

b la largeur de la micropoutre (en m),

h l'épaisseur de la micropoutre (en m),

ρ_f la masse volumique du fluide (en kg/m^3),

η la viscosité du fluide (en Pa.s),

δ la couche limite de fluide déplacé (en m),

a_1 et a_2 sont les paramètres de Maali [46] : $a_1=1,0553$ et $a_2 = 3,7997$ pour $\delta/b \in [1/\sqrt{2000}, 1/\sqrt{2}]$.

Lors des premières exploitations des résultats en détection gazeuse, le modèle utilisé pour la détermination de la variation relative théorique de fréquence propre était une équation analytique obtenue par linéarisation pour de petites variations de masse volumique et de viscosité (Eq.4.29).

$$\frac{df_0}{f_0} = - \frac{\pi \rho_f b}{8 \rho h} \left(\left(a_1 + \frac{a_2 \delta}{2b} \right) \frac{d\rho_f}{\rho_f} + \frac{a_2 \delta}{2b} \frac{d\eta}{\eta} \right) \quad (\text{Eq.4.29})$$

Par comparaison avec l'expression de la variation de fréquence propre donnée par l'expression 4.28, ce modèle approximé présente des écarts relatifs en variation de fréquence propre de plus de 10%, pour des variations de masse volumique de mélange gazeux comprises entre 0,2% et 2%. Les calculs de variation relative théorique de fréquence propre, dont les résultats sont présentés dans la section IV-4, ont alors été réitérés en utilisant le modèle donné par l'équation 4.28.

IV-2-4 Calcul de la masse volumique et de la viscosité de mélanges gazeux

Afin de calculer la variation relative de fréquence propre à partir de l'équation 4.28, il est nécessaire de connaître la masse volumique et la viscosité des mélanges de gaz générés. Cette détermination doit prendre en compte l'hypothèse d'un mélange idéal de gaz parfaits : toutes les molécules du mélange, qu'elles soient identiques ou non, ne subissent que des chocs élastiques et aucune autre interaction. Dans ce cas, chaque gaz se comporte comme s'il occupait seul tout le volume.

IV-2-4-1 Masse volumique d'un gaz et d'un mélange gazeux

La grandeur essentielle pour mener les calculs de masse volumique de mélanges gazeux est la fraction molaire. La fraction molaire d'un constituant i est égale au rapport du nombre de molécules n_i de ce constituant sur le nombre total de molécules $n_{tot.}$ du mélange (Eq.4.30).

$$x_i = \frac{n_i}{n_{tot.}} \quad (Eq.4.30)$$

avec

x_i la fraction molaire du constituant i présent dans le mélange

n_i la quantité de matière du constituant i présent dans le mélange (mol)

$n_{tot.}$ la quantité totale de matière dans le mélange (mol)

La masse volumique d'un mélange idéal de gaz parfaits peut alors être définie de la manière suivante :

$$\rho_{mélange} = \frac{(\sum x_i M_i)P}{RT} 10^3 \quad (Eq.4.31)$$

avec

M_i la masse molaire du constituant i dans le mélange (g.mol^{-1})

P la pression du mélange de gaz (Pa)

R la constante des gaz parfaits. $R = 8,314472 \text{ J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$

T la température absolue du mélange de gaz (K).

La masse volumique d'un mélange gazeux constitué de vapeur d'eau sera définie à partir de la grandeur d'humidité absolue et développée dans la section IV-3-1-4.

IV-2-4-2 Viscosité d'un gaz et d'un mélange gazeux

Un modèle théorique précis concernant la prévision de la viscosité de gaz dilués a été développé à partir de la théorie cinétique des gaz et la théorie de Chapman-Enskog [47] (Eq.4.32).

$$\eta = 2,6693.10^{-5} \frac{\sqrt{MT}}{\sigma^2 \Omega_\eta} \quad (Eq.4.32)$$

avec

η la viscosité dynamique du gaz (Pa.s)

M la masse molaire du gaz (g.mol^{-1})

T la température du gaz (K)

σ l'expression du potentiel d'interaction (Å)

Ω_η l'intégrale double de collision normalisée du potentiel de Lennard-Jones

Les valeurs numériques de σ et Ω_η peuvent être déterminées grâce aux tables de Bird, Steward et Lightfoot [48]. Contrairement au cas de la masse volumique, la viscosité d'un mélange de gaz est plus complexe à déterminer. Le modèle de Wilkes [49], compatible avec la cinématique des gaz et permettant de calculer la viscosité d'un mélange binaire η_f à partir des connaissances de la viscosité de chaque gaz (noté 1 et 2) sera choisi pour les calculs.

$$\eta_f = \frac{x_1 \eta_1}{x_1 + (1-x_1) \Phi_{12}} + \frac{(1-x_1) \eta_2}{1-x_1 + x_1 \Phi_{21}} \quad (\text{Eq.4.33})$$

avec η_1 et η_2 les viscosités des gaz 1 et 2 et

$$\Phi_{12} = \left[8 \left(1 + \frac{M_1}{M_2} \right) \right]^{-0,5} \left[1 + \left(\frac{\eta_1}{\eta_2} \right)^{0,5} \left(\frac{M_2}{M_1} \right)^{1/4} \right]^2 \quad (\text{Eq.4.34})$$

$$\Phi_{21} = \left[8 \left(1 + \frac{M_2}{M_1} \right) \right]^{-0,5} \left[1 + \left(\frac{\eta_2}{\eta_1} \right)^{0,5} \left(\frac{M_1}{M_2} \right)^{1/4} \right]^2 \quad (\text{Eq.4.35})$$

où M_1 et M_2 sont les masses molaires des gaz 1 et 2.

Pour le calcul des masses volumiques et viscosités des mélanges gazeux générés lors des essais de caractérisation, la température indiquée par le thermo-hygromètre *ELCOWA* situé en sortie du réseau gaz sera intégrée dans les équations 4.31 et 4.32. La pression P du mélange de gaz sera définie comme la pression atmosphérique normale (101325 Pa) ; le manomètre situé en sortie du réseau gaz servant uniquement d'organe de contrôle.

IV-3 Mise en œuvre expérimentale

IV-3-1 Description des éléments techniques du projet

IV-3-1-1 L'analyseur gain-phase

L'analyseur gain-phase utilisé, de marque HP, type 4194A est un appareil de détection synchrone qui peut être utilisé en mode impédancemètre ou en mode gain-phase. L'utilisation de l'analyseur en mode gain-phase permet de faire un relevé du diagramme de Bode correspondant au gain et à la phase de la fonction de transfert de la micropoutre en fonction de sa fréquence de vibration. Afin de former la réponse fréquentielle, il effectue un balayage en fréquence à vitesse donnée sur une plage de mesure choisie et relève le gain et le déphasage entre le signal envoyé et le signal reçu.

Les principales caractéristiques techniques de l'analyseur en mode gain-phase sont :

- Etendue de mesure en fréquence : 10 Hz à 100 MHz
- Résolution : 1 mHz
- Exactitude : +/- 20 ppm (à 23°C +/- 5°C)
- OSC level ; -65dBm à +15dBm / 0,126mV à 1,26V
- Etendue de mesure en amplitude : -107 dBm à -5dBm (atténuation 0dB) ; -87 dBm à 15dBm (atténuation 20dB). Résolution : 10^{-3} dB
- Etendue de mesure en phase : +/- 180°. Résolution : 0,01°
- Caractéristiques en entrée :
 - . Voies *Référence Channel* (Rch) et *Test Channel* (Tch)
 - . Impédance d'entrée : 50Ω
 - . Atténuation : 0dB ou 20dB
 - . Niveau de bruit pour fréquences inférieures à 50 kHz : < -107 dBm
- Caractéristiques en sortie :
 - . Voies *Single* et *Dual*
 - . Bruit de phase : < -90dBc/√Hz

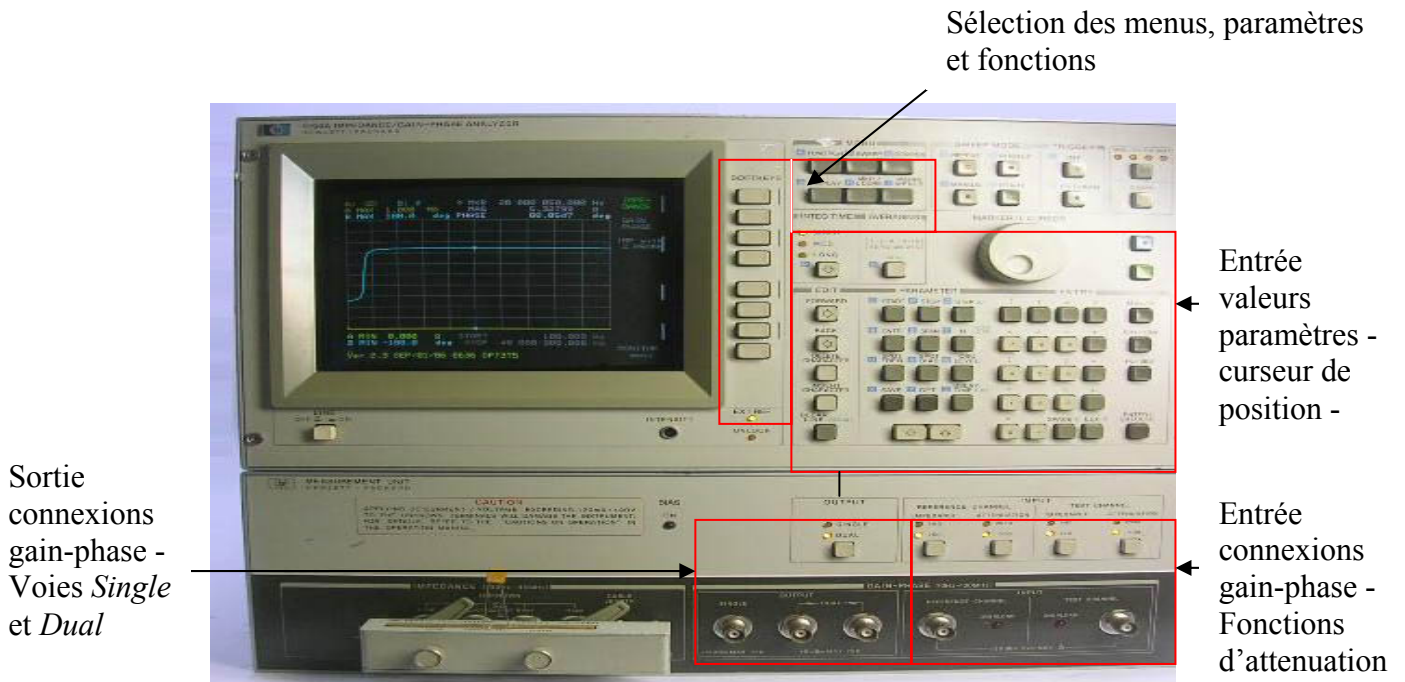


Figure 4.2 : Analyseur HP4194A – Description sommaire de la face avant en mode d'utilisation gain-phase

Les principaux paramètres permettant les réglages de l'appareil HP4194A sont :

- la puissance d'excitation *OSC level* en dBm : la puissance d'excitation en sortie du HP4194A est réglée à 0dBm ;
- la fréquence centrale *CENTER* : elle est réglée de façon à être proche de la fréquence de résonance de la poutre en début d'expérience ;
- la bande de fréquence *SPAN* : elle représente la bande de fréquence autour de la fréquence de résonance. Ce paramètre est choisi de manière à garder la fréquence de résonance dans la fenêtre de mesure au cours des expériences. La valeur du *SPAN* choisie est de quelques Hz.
- le nombre de points *N* : Il définit les fréquences du spectre à traiter et doit être compris entre 2 et 401. Pour notre méthode d'acquisition et de traitement des données, la valeur est fixée de manière à avoir 9 fréquences de travail utilisables.
- le temps d'acquisition de chaque point *LONG*, *MEDIUM* ou *SHORT* : dans la gamme de fréquence des micropoutres utilisées, *LONG* correspond à un temps d'acquisition d'environ 300ms par point. *MEDIUM* correspond à un temps d'environ 20ms par point et *SHORT* correspond à environ 8ms par point. Le temps choisi est *MEDIUM* ;
- le moyennage des points *AVERAGE* : de 1 à 256 échantillons, le moyennage correspond au nombre de points qui sont moyennés pour donner la mesure. Le nombre choisi est 8.

IV-3-1-2 Piezorésistances et connexions électriques des pistes d'une micropoutre

L'analyseur gain-phase va permettre dans notre application d'appliquer une tension alternative V_e entre les pistes conductrices de la micropoutre, puis de mesurer le signal de sortie V_m au point milieu du demi-pont de Wheatstone formé par deux piézorésistances (Fig.4.3).

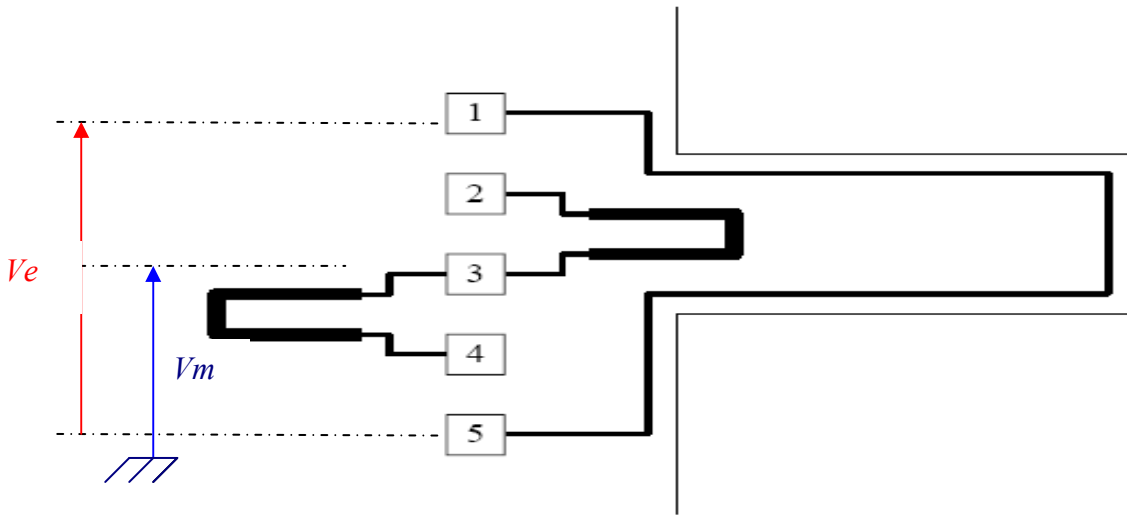


Figure 4.3 : Schéma des pistes d'une micropoutre représentant les cinq plots de câblage, les piézorésistances (entre les plots 2 et 3, puis 3 et 4) et la piste conductrice (entre les plots 1 et 5).

La piézorésistance de référence et la piézorésistance de mesure sont intégrées au niveau de l'encastrement de la micropoutre grâce à un dopage au bore (dopage P) du silicium (type N). Elles sont assimilables à des jauges de contrainte, détectant les déformations d'un corps d'épreuve : la micropoutre.

On peut alors utiliser les modèles théoriques développés à partir des études de résistance de matériaux et de capteurs à jauges extensométriques [50] afin de déterminer les variations de résistance en fonction des variations de géométrie et de conductivités de la jauge (Eq 4.36 et 4.37).

$$R_j = \frac{\rho_e L_j}{S_j} \quad \text{et} \quad \frac{\Delta R_j}{R_j} = K \varepsilon_L \quad (\text{Eq.4.36 et 4.37})$$

avec

R_j, ρ_e, L_j et S_j les valeurs respectives de la résistance, résistivité, longueur et section de la jauge .

K le facteur de jauge et ε_L l'élongation de la jauge

Le facteur de jauge K varie suivant la technologie employée, le constituant de la jauge et la température du milieu environnant. Il caractérise la sensibilité de la jauge.

Par comparaison :

- . $K \approx 0,5$ pour le Manganin (alliage cuivre-nickel-manganèse)
- . $K \approx 3,2$ pour l'Elinvar (alliage fer-chrome-molybdène)
- . $K \approx 100$ pour les jauges piézorésistives à base de silicium.

La valeur importante du facteur de jauge dans ce dernier cas s'explique par le fait qu'une contrainte appliquée sur du silicium va modifier sa résistance pour deux raisons : sa variation géométrique mais aussi la conductibilité intrinsèque du matériau. Et dans ce cas, la piézorésistance est due principalement à un changement de la mobilité des porteurs de charge. Cet effet, mesuré pour la première fois par SMITH [51] dans les laboratoires *Bell* du New Jersey en 1954, permet d'obtenir

une amplitude bien plus importante que pour des capteurs métalliques, mais entraîne également une sensibilité plus accrue aux variations de température.

Le montage en demi-pont de Wheatstone, constitué par les deux piézorésistances placées à proximité l'une de l'autre, trouve son intérêt par le câblage des fils de l'alimentation en série avec les jauges. S'ils sont identiques et de même longueur, il n'y a pas d'influence du câblage sur l'équilibre du pont. L'effet thermique sur les lignes et sur les jauges est ainsi compensé (par symétrie), mais pas l'atténuation du signal de mesure (et donc la perte de sensibilité) due aux longueurs de câble. Ce demi-pont convient alors pour de faibles longueurs de câbles, ce qui est le cas dans notre processus de mesure.

Des essais sur l'optimisation de la valeur de tension de polarisation des piézorésistances ont été effectués par F.LOCHON [27] et S.TETIN [28]. Des valeurs de tension V_{pol} comprises en 8 et 15V ont été déterminées pour générer une polarisation adaptée à l'acquisition du signal de mesure (Fig.4.4). Cette tension alimente également la piste du substrat de la micropoutre, afin d'éviter des pertes via la diode PN qui existe entre la piézorésistance P et le substrat N .

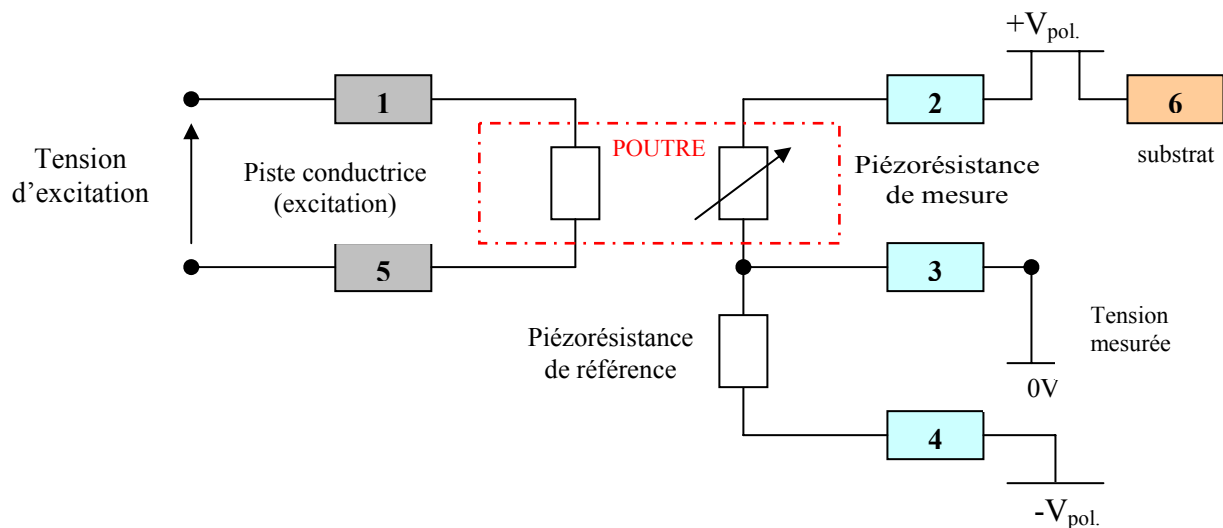


Figure 4.4 : Schéma de câblage d'une micropoutre pour une utilisation avec l'analyseur gain-phase.

Jusqu'à présent, la plupart des puces installées sur les PCB étaient composées de quatre micropoutres, sur un type de support identifié 1.7 (Fig.4.5). Des puces plus récentes et moins larges que les précédentes, comprenant 2 micropoutres et collées sur un type de support PCB identifié 2.0, sont disponibles au laboratoire (Fig.4.6). Ces supports diffèrent principalement par la disposition des pistes d'alimentation de la puce, mais dans les deux cas, le câblage des pistes nécessite une attention particulière afin de minimiser tout signal parasite qui viendrait se superposer au signal utile. En effet, selon le degré de raffinement du blindage des câbles transportant les signaux d'excitation et de mesure, les principaux signaux parasites sont liés à un couplage électromagnétique entre les fils d'excitation et de mesure, pouvant perturber la mesure de faibles amplitudes au niveau des piézorésistances.

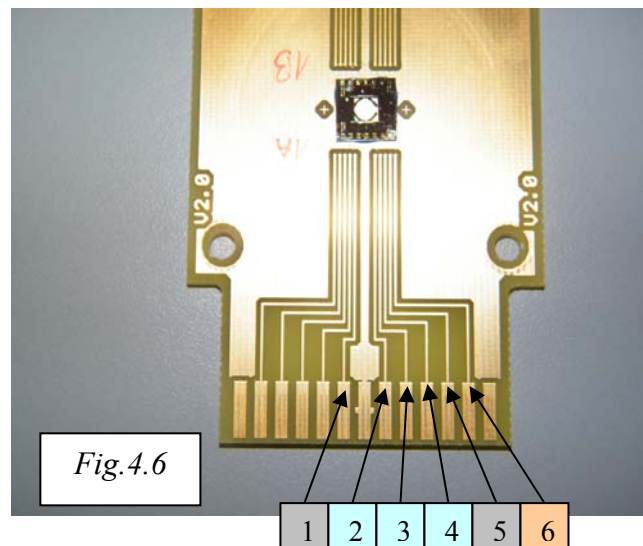
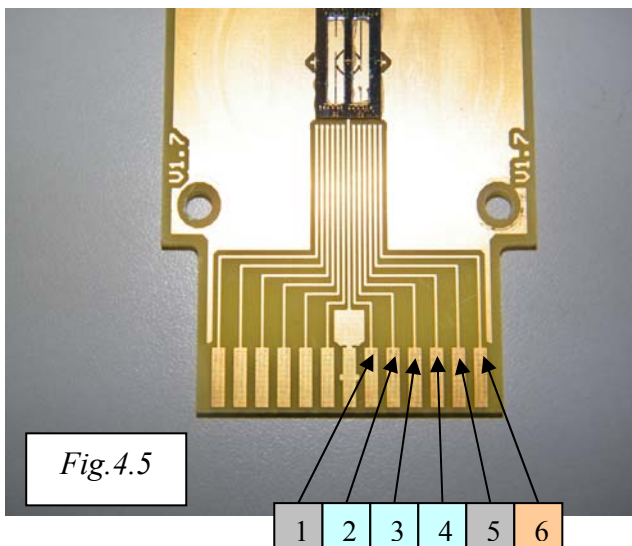


Figure 4.5 : Emplacement des connecteurs sur les pistes d'un support PCB type 1.7

Figure 4.6 : Emplacement des connecteurs sur les pistes d'un support PCB type 2.0

Remarque : Les couleurs des connecteurs utilisés sont définies à partir de la figure 4.4

Une connectique spécifique au type de support 1.7 prenant en compte ces aspects a été réalisée par S.TETIN [28] et comprend :

- une nappe électrique en PVC de 7cm de long composée par 26 conducteurs au pas de 1mm. Impédance : 92Ω ; Capacité : 55 pF/m ; Inductance : $0,5 \mu\text{H/m}$.
- à une des extrémités de la nappe, un bornier adapté aux connections des pistes électriques du PCB.
- à l'autre extrémité de la nappe, des barrettes de connecteurs mâles enfichables, disposées sur deux rangées. Six connecteurs à embase, insérés sur une des barrettes, sont soudés aux fils de mesure décrits précédemment.

Les connecteurs non utilisés de la nappe sont reliés entre eux par une couche de soudure afin de minimiser les parasites sur les entrées fonctionnelles et d'éviter de perturber les signaux captés.

De même, les masses des fils de câbles coaxiaux de l'analyseur et les masses des câbles d'alimentation ont été soudées entre elles afin de constituer une masse commune (Fig.4.7).

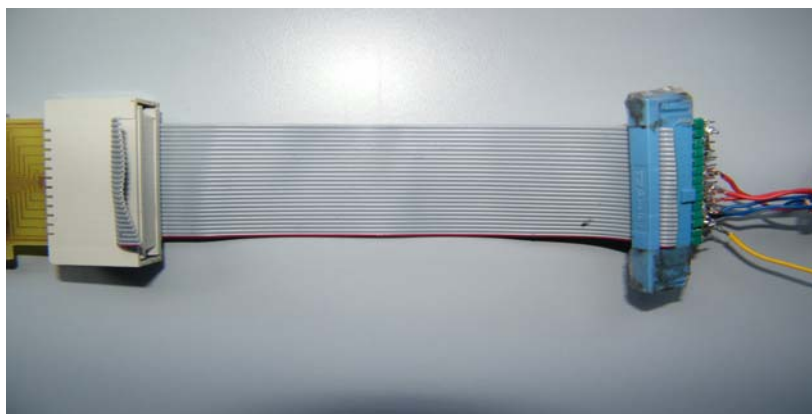


Figure 4.7 : Connectique spécifique au support PCB de type 1.7

Cette connectique n'est pas adaptée au support PCB de type 2.0 et a déjà occasionné des courts-circuits de mesure, du fait de contacts non souhaités entre les fils de connexions. Afin de palier à ces inconvénients, différents systèmes de connexions ont été réalisés et testés. La connectique actuelle et utilisée lors des caractérisations en détection gazeuse comprend la même nappe que précédemment mais les connecteurs ne sont plus soudés : ils sont regroupés en une broche enfichable et facilement adaptable aux connecteurs à embase.

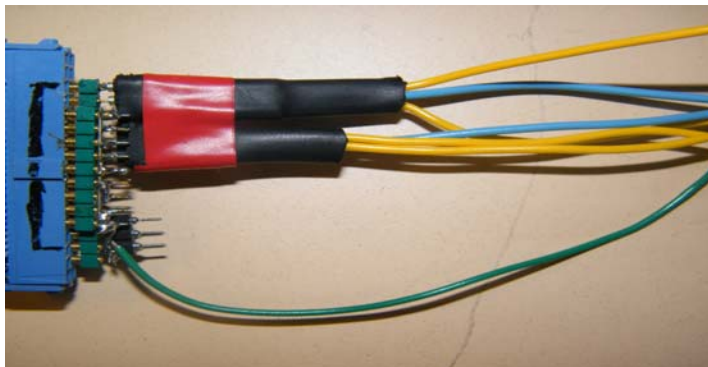


Figure 4.8 : Connectique actuelle pour les deux types de support PCB.

IV-3-1-3 Cellule de mesure et vue d'ensemble du réseau gaz

Le PCB est percé de quatre trous de diamètre 3mm afin d'être fixé sur un support en PVC sous lequel est positionné un aimant, de manière à générer le champ magnétique nécessaire à l'excitation électromagnétique des micropoutres (voir I-2-5-2). Le capot de la cellule de mesure en téflon polytétrafluoroéthylène comprend des raccords inox 6mm d'entrée et sortie de gaz, ainsi qu'une cavité formant autour de la puce la zone effective de la chambre de mesure, dont le volume est inférieur à 500mm³ (Fig.4.9). Les mesures étant généralement réalisées avec un débit total de 100 mL/min, le renouvellement du gaz dans la cellule s'effectue en 300 ms. Les raccords gaz sont alors reliés à des tuyaux souples type rilsan ou téflon de diamètre extérieur 6mm, l'un étant connecté à la sortie du réseau gaz et l'autre à l'évent (Fig.4.10).

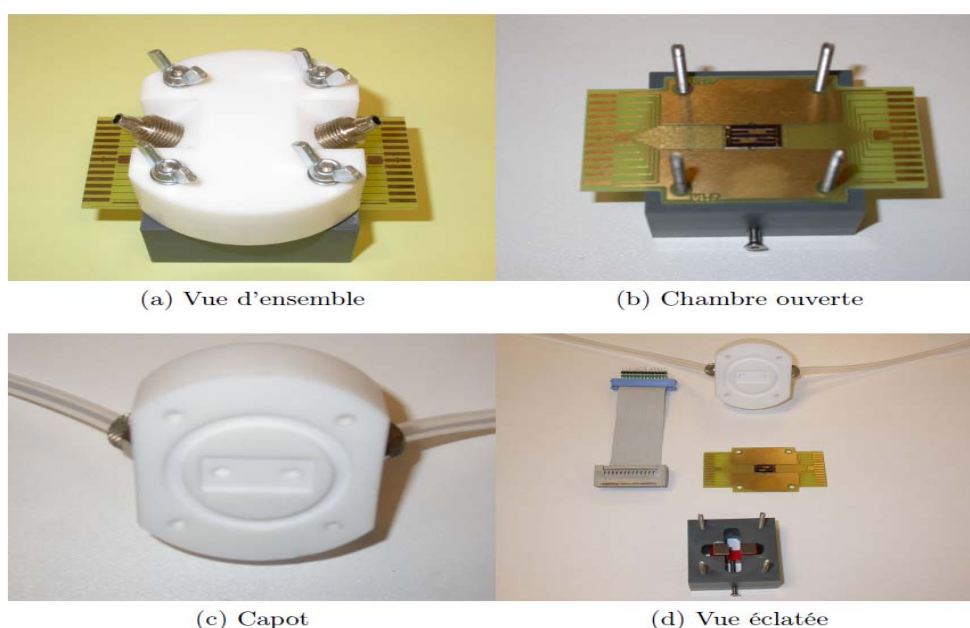
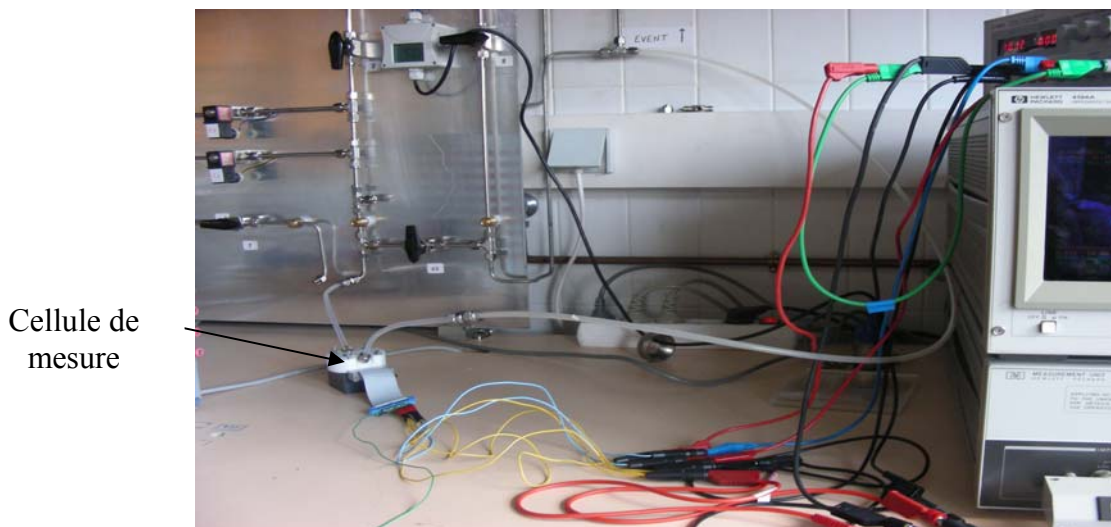


Figure 4.9 : Photos du dispositif de mesure. (a) Vue d'ensemble, (b) vue sans capot, (c) détail sur l'intérieur de la chambre et (d) vue éclatée.



Cellule de mesure

Figure 4.10 : Photo du banc de mesure électrique et du raccordement au réseau gaz



Régulateurs de débit massique

Figure 4.11 : Réseau gaz – Panoplie de génération de mélanges gazeux



Coffret d'interface

Calibrateurs de vapeur

PC-LabVIEW

Analyseur HP

PC-Acquisition HP

Figure 4.12 : Banc complet de mesure dans la salle « réseau gaz »

IV-3-1-4 Génération de vapeurs à l'aide de calibrateurs

Les calibrateurs de marque *CALIBRAGE*, type *PUL110* et *DGM110*, permettent de générer des gaz étalons à concentration contrôlée, en utilisant des tubes à perméation.

Ces deux calibrateurs diffèrent principalement par leur intervalle nominal des indications (concentrations massiques inférieures au ppm pour le calibrateur *DGM110*) et la pression du gaz disponible en sortie (atmosphérique et jusqu'à 3 bar pour le calibrateur *PUL110* et ajustable de 0 à 300mbar pour le calibrateur *DGM110*). Pour la génération de vapeur d'eau, le calibrateur *PUL110* semble le plus approprié : les modèles théoriques utilisés pour déterminer les valeurs de teneur en vapeur d'eau étant définis à partir de la pression atmosphérique. Son principe de fonctionnement et son utilisation dans notre application sont donc développés dans cette section.

Un four thermostaté assurant la génération de la vapeur chauffée un tube cylindrique en inox rempli par le gaz désiré en phase liquide (actuellement : éthanol, toluène ou eau), avec une température contrôlée par un régulateur PID. Ce four est balayé par un débit fixe d'air ou d'azote⁽¹⁾ (de l'ordre de 100 mL/min), régulé par une buse sonique. Un étage de dilution permet d'ajuster la concentration de la vapeur dans un gaz vecteur (azote ou air) puis un étage de régulation de débit vient ensuite prélever un échantillon du gaz à concentration variable afin d'obtenir un gaz étalon à débit fixe et dont la concentration en polluant est réglable. Les débits sont contrôlés par deux régulateurs de débit massique et un mélangeur permet d'homogénéiser les gaz avant la sortie du mélange (*Fig.4.13*).

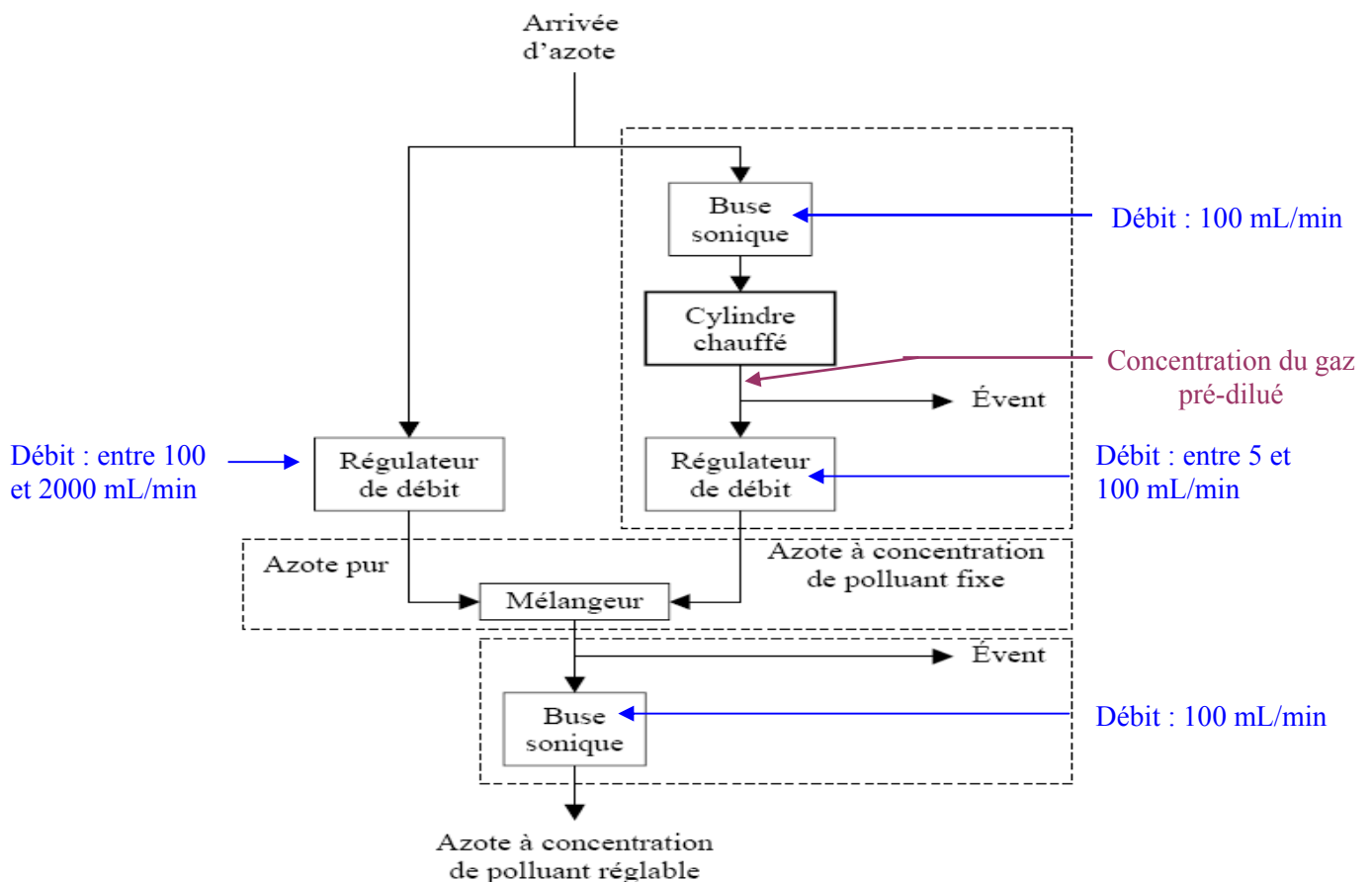


Figure 4.13 : Schéma de principe du générateur de vapeurs

(1) : D'après le manuel technique du calibrateur, l'utilisation de l'azote apparaît comme une des conditions assignées de fonctionnement de l'appareil. Par la suite, nous considérerons que le calibrateur fonctionne uniquement avec de l'azote et un tube à perméation rempli d'eau distillée, afin de générer de l'azote humide. Or, la plupart des grandeurs physiques liées à la vapeur d'eau sont définies à partir de l'air humide. Nous conserverons donc cette dernière appellation dans la suite de ce rapport, excepté pour la définition de la masse volumique du mélange en sortie du calibrateur.

L'ensemble est piloté par un automate programmable qui permet la génération de séquences d'échelons de concentrations, programmées grâce à un pupitre de commande.

La face avant du pupitre de commande (Fig. 4.14) comprend principalement :

- un régulateur de température ;
- un manomètre indiquant la pression d'entrée du gaz vecteur (environ 4 bar) ;
- un détendeur permettant le réglage de la pression du gaz de dilution ;
- un manomètre indiquant la pression du gaz de dilution (environ 1 bar) ;
- un afficheur LCD et son clavier intégré ;
- le tiroir d'accès au four

Sur la face arrière du pupitre se trouvent l'entrée du gaz vecteur, la sortie du gaz étalon et la sortie excès gaz à diluer (vers l'évent).



Figure 4.14 : Pupitre de commande du calibrateur Calibrage, type PUL 110.

Les gammes de débits sont de 5 à 100 mL/min pour la voie sortie four et de 0,1 à 2L/min pour la voie de dilution. Ils sont exprimés aux conditions standards de température et de pression. La concentration maximale qu'il est possible de générer est déterminée par la formule suivante :

$$C = \frac{P}{F} \quad (\text{Eq. 4.38})$$

avec

C la concentration du gaz pré-dilué en mg/m^3

F le débit du gaz vecteur en mL/min

P le taux de perméation en ng/min

Le taux de perméation du tube (spécifique à la contenance de l'eau) est mentionné sur le dernier certificat d'étalonnage, effectué par la société Calibrage. Il est donné pour une température de 90°C avec un écart-type de 7% calculé lors de pesées successives : $P(90^\circ\text{C}) = 1202 \mu\text{g}/\text{min} \pm 7\%$.

Dès que l'utilisateur rentre la valeur de concentration du gaz pré-dilué et le débit de sortie de l'analyseur (100 mL/min), l'appareil calcule automatiquement la gamme de concentration que l'on peut générer : $[C_{\text{min}} - C_{\text{max}}]$. Dans ce mode, il suffit de saisir la concentration souhaitée et les débits s'ajustent automatiquement pour générer la concentration demandée tout en respectant le débit de sortie de l'analyseur.

Pour les essais liés à l'étude de l'influence de la vapeur d'eau sur la réponse dynamique de la micropoutre, on utilise deux des grandeurs hygrométriques définies dans la section II-2-3-5 :

- l'humidité absolue (en mg/m^3), représentant une grandeur de consigne du calibrateur,
- l'humidité relative, mesurée par les thermo-hygromètres et choisie pour les mesures effectuées dans le cadre du projet de l'ANDRA.

Il est alors nécessaire de connaître la méthode de conversion d'une humidité relative souhaitée de l'air humide en sortie du calibrateur (sous pression atmosphérique et avec une température T) en une humidité absolue.

L'humidité relative H_r de l'air à une température T peut être exprimée ainsi :

$$H_r = \frac{p_{pv}}{p_{vs}(T)} 100 \quad (\text{Eq.4.39})$$

avec H_r l'humidité relative à la température T (en %), p_{pv} la pression partielle de vapeur d'eau (en Pa) et $p_{vs}(T)$ la pression de vapeur saturante de l'eau dans l'air (en Pa) à la température T .

La pression partielle de vapeur d'eau est la pression qu'exerce la vapeur d'eau à la même température que celle de l'air humide lorsqu'elle occupe seule la totalité du volume considéré.

Pour une pression partielle de vapeur d'eau inférieure à 10 kPa, la vapeur d'eau peut être considérée comme un gaz parfait, avec un pourcentage d'écart entre les volumes massiques de la vapeur et l'équation des gaz parfaits ⁽¹⁾ inférieure à 0,1% [52]. Dans ces conditions, le comportement thermodynamique de la vapeur d'eau peut s'appuyer sur la **loi de Dalton**, qui stipule que la pression d'un mélange gazeux dans un volume donné est égale à la somme des pressions que chaque constituant exercerait s'il occupait à lui seul le volume, sa température étant égale à celle du mélange. La loi de Dalton peut s'exprimer mathématiquement ainsi :

$$P_m = \sum_{i=1}^{i=k} P_i(T_m, V_m) \quad (\text{Eq.4.40})$$

où P_m est la pression totale du mélange, P_i la pression partielle du constituant i , T_m la température du mélange et V_m le volume total du mélange.

Le rapport de pression P_i/P_m est équivalent à la fraction molaire (notée x_v) de la vapeur d'eau dans l'air, soit le rapport du nombre de moles de vapeur d'eau au nombre total de moles dans le mélange d'air humide (vapeur d'eau + air sec).

Ainsi, en considérant la vapeur d'eau et l'air sec comme des gaz parfaits, on peut relier la pression partielle de vapeur d'eau dans l'air et l'humidité absolue :

$$p_{pv} = x_v P_m = \frac{H_a RT}{M_{eau}} \quad (\text{Eq.4.41})$$

où x_v est la fraction molaire de la vapeur d'eau dans l'air, P_m la pression totale du mélange air sec/air humide (Pa), H_a l'humidité absolue de l'air (g/m^3), R la constante du gaz parfait ($R=8,314472 \text{ J.K}^{-1}.\text{mol}^{-1}$), T la température sèche de l'air (en K) et M_{eau} la masse molaire de l'eau ($M_{eau}=18,0153 \text{ g.mol}^{-1}$).

La pression de vapeur saturante ou tension de vapeur est la pression à laquelle la phase gazeuse d'une substance est en équilibre avec sa phase liquide ou solide. Elle dépend exclusivement de la température. Plusieurs modèles de l'expression de la pression de vapeur saturante existent et diffèrent selon les propriétés thermodynamiques utilisées, la gamme de température et l'incertitude sur la détermination de la pression de vapeur. Nous utiliserons l'expression donnant la pression de vapeur saturante en phase pure au dessus de l'eau et de la glace, communément admise comme référence aujourd'hui et donnée par D.Sonntag [53] :

$$\ln(p_{vs}(T)) = \sum_{i=0}^3 a_i T^{i-1} + a_4 \ln(T) \quad (\text{Eq.4.42})$$

avec $p_{vs}(T)$ la pression de vapeur saturante en Pa, T la température en K et a_i les coefficients par rapport à l'eau :

$$a_0 = -6096,9385 ; a_1 = 21,2409642 ; a_2 = -2,711193 \cdot 10^{-2} ; a_3 = 1,673952 \cdot 10^{-5} \text{ et } a_4 = 2,433502.$$

Basée sur les approximations de l'Échelle Internationale de Température de 1990 (EIT-90), cette expression permet notamment de déterminer des pressions de vapeur saturante sur un domaine de température de 0 à 100°C, avec l'estimation d'un écart-type relatif inférieur à 0,005%.

L'humidité absolue de l'air peut donc être déterminée en fonction de l'humidité relative, à une température T , en utilisant les grandeurs des équations 4.39 et 4.41.

$$H_a = H_r(\%) \cdot \frac{M_{eau} \cdot p_{vs}(T)}{100RT} \quad (\text{Eq.4.43})$$

Dans cette équation, il est important de rappeler que l'humidité absolue s'exprime en gramme de vapeur d'eau par mètre cube d'air sec sous pression atmosphérique et à une température T .

Nous utiliserons également lors des essais en détection la valeur de la masse volumique du mélange en sortie du calibrateur, soit la masse volumique d'azote humide. Elle peut s'exprimer ainsi :

$$\rho_{N_2-hum} = \frac{P_m M_{N_2}}{RT} + H_a \left(1 - \frac{M_{N_2}}{M_{eau}} \right) \quad (\text{Eq.4.44})$$

avec

ρ_{N_2-hum} la masse volumique de l'azote humide, en kg/m³.

P_m la pression totale du mélange azote et vapeur d'eau, soit la pression atmosphérique dans notre utilisation, en Pa.

M_{N_2} la masse molaire de l'azote en kg.mol⁻¹.

M_{eau} la masse molaire de l'eau en kg.mol⁻¹.

H_a l'humidité absolue en kg/m³.

Finalement, la buse sonique en sortie du calibrateur régule alors un mélange d'azote sec et de vapeur d'eau (appelé jusqu'à présent air humide) avec une humidité absolue contrôlée et avec une valeur de débit pré-réglée de 100 mL/min. Le constructeur *Calibrage* précise qu'en raison de la variabilité du débit de dilution (100 à 2000 mL/min), le débit de sortie régulé par la buse sonique peut fluctuer de 10 mL/min autour des 100 mL/min pré-réglés.

Dans le cas des mélanges gazeux avec vapeur d'eau réalisés par le réseau gaz et le calibrateur *PUL 110*, l'objectif est de générer un mélange d'air humide et de gaz secs (nommé par la suite «mélange résultant») en sortie du réseau gaz, dont la composition contrôlée permet d'étudier l'influence de la vapeur d'eau sur la réponse des micropoutres en détection gazeuse.

L'analyse du système se résume alors à comprendre et prédire le comportement thermodynamique du mélange résultant en intégrant les étapes suivantes :

- Définir le système thermodynamique, les lois et les grandeurs mises en jeu, puis dresser les bilans massiques et énergétiques relatifs à l'humidification d'un mélange de gaz secs,
- Déterminer la valeur de consigne à rentrer sur le pupitre de commande du calibrateur de vapeur et le débit total du mélange issu du réseau gaz afin d'obtenir l'humidité relative souhaitée du mélange résultant,
- Estimer l'influence de la vapeur d'eau sur la valeur de la concentration massique d'un ou plusieurs constituants d'un mélange gazeux généré par les régulateurs de débit massique.

Cette analyse thermodynamique est rendue complexe du fait de la méconnaissance de plusieurs paramètres physiques, dont la température en sortie du calibrateur et la température initiale du mélange de gaz secs (on ne connaît que la température du mélange résultant).

Une méthode de détermination de ces paramètres, ainsi que des valeurs de consigne de débit et d'humidité absolue, est développée en annexe 4 de ce rapport. Elle constitue actuellement une ébauche, qui devra être testée et certainement améliorée avant d'être validée.

Concernant l'influence de la vapeur d'eau sur la concentration massique d'un ou plusieurs gaz interférents dans la cellule de mesure, nous avons vu dans le chapitre III que la mesure de cette concentration, basée sur un principe de dilution, est dépendante de la valeur du débit total du mélange gazeux. Or, lors de la génération de mélanges humides, deux paramètres importants contribuent à une variation du débit total du mélange au niveau de la cellule de mesure :

- la fluctuation de débit de sortie du calibrateur, évoquée précédemment
- la pression partielle de vapeur d'eau dans le mélange.

En considérant la pression du mélange gazeux en sortie du calibrateur égale à la pression atmosphérique et une valeur de température maximale de l'air humide à 30°C, la pression de vapeur saturante correspondante est de 42,7 mbar. En générant alors de l'air humide saturé à cette température, l'augmentation maximale du débit total de mélange due à la vapeur d'eau serait de 4,27%. Or, cette variation de débit est négligeable devant la variation de débit du calibrateur, régulé par une buse sonique à 100 mL/min +/- 10%. Nous envisageons donc actuellement la possibilité d'intégrer un régulateur de débit massique en lieu et place de la buse sonique afin de corriger cette variation importante de débit de vapeur d'eau.

De plus, la méthode de mise en œuvre de l'humidification d'un mélange de gaz (voir annexe 4) prend en compte des mesures effectuées avec le «deuxième» thermo-hygromètre, dont l'utilisation est initialement destinée à la mesure de la température en aval de la cellule de mesure lors de la génération de gaz chauffés (voir IV-1). Une utilisation « mobile » de ce thermo-hygromètre pour deux applications différentes n'est pas souhaitable. Un raccordement fixe en sortie du calibrateur est également difficilement envisageable du fait de la génération possible de vapeurs de toluène et d'éthanol, qui pourraient endommager le diélectrique de la sonde thermo-hygrométrique.

Il est alors nécessaire de repenser le dispositif expérimental existant pour l'humidification d'un mélange de gaz, avant de caractériser l'influence de la vapeur d'eau sur la concentration massique d'un gaz interférent dans la cellule de mesure. Pour le moment et afin de fixer une consigne de concentration massique d'un ou plusieurs gaz interférents dans un mélange résultant, nous utiliserons le principe de dilution développé dans le chapitre précédent (Eq.3.5), en intégrant dans le débit total du mélange la valeur pré-réglée du débit de sortie du calibrateur, soit 100 mL/min.

IV-3-2 Acquisitions et traitements des données

IV-3-2-1 Traitement du signal

Les informations issues de l'analyseur *HP4194A* sont recueillies grâce à un protocole de communication *GPIB* (*General Purpose Interface Bus*). Le *GPIB* est un autre nom de la norme *IEEE-488* qui définit le fonctionnement d'un bus de communications numériques à courte distance. Sur le PC chargé de collecter les informations des appareils de mesure connectés via le bus *GPIB*, se trouve un programme *LabWindows* adapté à la réception de données provenant de l'analyseur HP. *LabWindows* est un environnement de programmation développé par *National Instrument* et qui intègre les bibliothèques nécessaires à la communication par protocole *GPIB*. L'interface du programme *LabWindows* permet alors de suivre en temps réel l'amplitude et la phase de la fonction de transfert aux fréquences étudiées, avec un taux d'acquisition fixé à une mesure de spectre (9 fréquences) par seconde. La durée totale de l'acquisition peut être choisie sur 10 ou 30 minutes.

L'ensemble des points d'acquisition est stocké dans 2 fichiers convertis sous *Excel* : l'un avec les valeurs des amplitudes et l'autre avec celles des phases pour chacune des 9 fréquences d'excitation. Or, nous avons vu dans la section *IV-1* que la méthode du suivi de phase à fréquence fixe est celle retenue pour le traitement des données. Seul le fichier d'acquisition des valeurs de phase sera alors exploité, en utilisant cette méthode détaillée dans la section suivante.

IV-3-2-2 Suivi de phase à fréquence d'excitation fixe

A partir de l'équation 4.8, la phase de la fonction de transfert mécanique vérifie l'équation :

$$\Phi = -\text{Arc tan} \frac{2\xi \frac{f}{f_0}}{1 - \frac{f^2}{f_0^2}} \quad (\text{Eq.4.45})$$

La pente de la phase en fonction de la fréquence s'écrit donc :

$$\frac{d\Phi}{df} = \frac{\frac{2\xi}{f_0} \left(1 - \frac{f^2}{f_0^2}\right) - 2\xi \frac{f}{f_0} \left(-2 \frac{f}{f_0^2}\right)}{\left(1 - \frac{f^2}{f_0^2}\right)^2 \left[1 + \frac{4\xi^2 \frac{f^2}{f_0^2}}{\left(1 - \frac{f^2}{f_0^2}\right)^2}\right]} = -\frac{2\xi}{f_0} \frac{1 + \frac{f^2}{f_0^2}}{\left(1 - \frac{f^2}{f_0^2}\right)^2 + 4\xi^2 \frac{f^2}{f_0^2}} \quad (\text{Eq.4.46})$$

A la fréquence propre, la phase et la pente de la phase en fonction de la fréquence ont pour expression :

$$\Phi(f = f_0) = -\frac{\pi}{2} \quad \text{et} \quad \left. \frac{d\Phi}{df} \right|_{f=f_0} = -\frac{1}{f_0\xi} = -\frac{2Q}{f_0} \quad (\text{Eq.4.47 et 4.48})$$

A la fréquence de résonance, la phase et la pente de la phase en fonction de la fréquence ont pour expression :

$$\Phi(f = f_r) = -\text{Arc tan} \frac{\sqrt{1 - 2\xi^2}}{\xi} = -\text{Arc tan} \left(2Q \sqrt{1 - \frac{1}{2Q^2}}\right) \quad (\text{Eq.4.49})$$

$$\text{et} \quad \left. \frac{d\Phi}{df} \right|_{f=f_r} = -\frac{1}{f_0\xi} = -\frac{2Q}{f_0} = \left. \frac{d\Phi}{df} \right|_{f=f_0} \quad (\text{Eq.4.50})$$

La pente de la phase à la fréquence de résonance est la même que celle à la fréquence propre. Elle dépend à la fois de la fréquence propre et du facteur de qualité. Ces deux paramètres varient avec les parties g_1 et g_2 de la fonction hydrodynamique représentant la force exercée par le fluide sur la micropoutre. Un changement de propriétés physiques du fluide environnant entraîne alors une modification des valeurs g_1 et g_2 et par conséquent une modification de la pente de la phase. Le suivi de phase à deux fréquences d'excitation fixes f_{e1} et f_{e2} proches de la résonance (avec $f_{e1} > f_{e2}$) permet d'extraire la variation de la fréquence propre $df = f_0(t) - f_0(0)$, avec $f_0(0)$ la fréquence propre à l'instant initial $t=0$ (*Fig.4.15*).

En assimilant la courbe de la phase à sa tangente (linéarisation), donc en prenant l'hypothèse de faibles variations de fréquence, la méthode d'extraction peut se résumer ainsi :

- Mesure des phases $\Phi_1(t)$ et $\Phi_2(t)$ aux deux fréquences d'excitation f_{e1} et f_{e2} (les essais seront réalisés avec des phases initiales $\Phi_1(0)$ et $\Phi_2(0)$ proches de -90°)
- Calcul des pentes $P(0)$ et $P(t)$ de la phase correspondant à la fréquence propre (voir Fig.4.12) :

$$P(0) = \left(\frac{\Phi_2(0) - \Phi_1(0)}{f_{e2} - f_{e1}} \right) \quad \text{et} \quad P(t) = \left(\frac{\Phi_2(t) - \Phi_1(t)}{f_{e2} - f_{e1}} \right) \quad (\text{Eq.4.51})$$

- Avec la fréquence propre correspondant à la phase $-\pi/2$ et la fréquence d'excitation f_{e1} , il est également possible d'exprimer $P(0)$ et $P(t)$ ainsi :

$$P(0) = \left(\frac{-\pi/2 - \Phi_1(0)}{f_0(0) - f_{e1}} \right) \quad \text{et} \quad P(t) = \left(\frac{-\pi/2 - \Phi_1(t)}{f_0(t) - f_{e1}} \right) \quad (\text{Eq.4.52})$$

donc

$$f_0(0) - f_{e1} = \left(\frac{-\pi/2 - \Phi_1(0)}{P(0)} \right) \quad \text{et} \quad f_0(t) - f_{e1} = \left(\frac{-\pi/2 - \Phi_1(t)}{P(t)} \right) \quad (\text{Eq.4.53})$$

On obtient alors :

$$f_0(t) - f_0(0) = \left(\frac{-\pi/2 - \Phi_1(t)}{P(t)} \right) - \left(\frac{-\pi/2 - \Phi_1(0)}{P(0)} \right) \quad (\text{Eq.4.54})$$

- En remplaçant l'expression des pentes par celles calculées à partir des mesures aux fréquences d'excitation f_{e1} et f_{e2} , la variation de fréquence propre s'exprime de la manière suivante :

$$df_0 = f_0(t) - f_0(0) = (f_{e1} - f_{e2}) \cdot \left(\frac{-\pi/2 - \Phi_1(t)}{\Phi_2(t) - \Phi_1(t)} \right) - \left(\frac{-\pi/2 - \Phi_1(0)}{\Phi_2(0) - \Phi_1(0)} \right) \quad (\text{Eq.4.55})$$

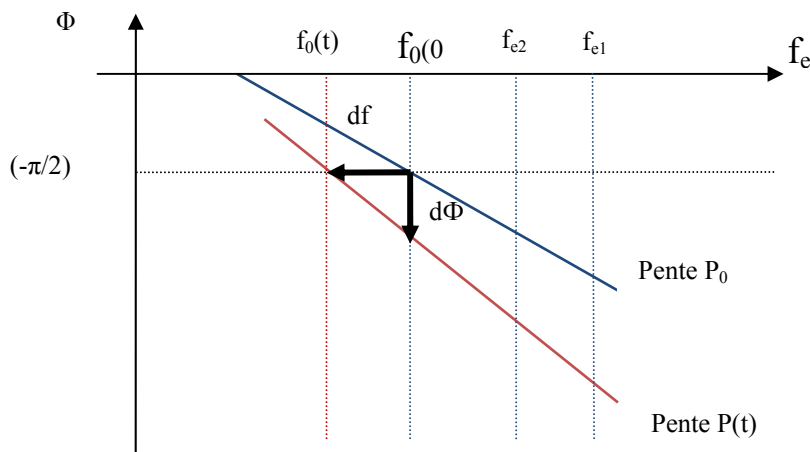


Figure 4.15 : Variations de fréquence propre en fonction des variations de phase et de pente

IV-3-3 Protocole de mesure

. Micropoutres utilisées

L'importante diversité des micropoutres disponibles au laboratoire ont amené les premiers utilisateurs à les répertorier de la manière suivante : chaque PCB a été associé à un nom de *Pokémon*® et chaque micropoutre possède un attribut supplémentaire (NO, NE, SO ou SE en référence aux points cardinaux) de manière à l'identifier et la localiser facilement sur le PCB.

Le choix des micropoutres sans couche sensible utilisées pour nos essais de caractérisation gazeuse s'est porté sur la valeur de leur rapport largeur sur épaisseur (b/h) (voir IV-1) mais surtout sur l'exploitabilité du signal représentant leur fonction de transfert sur l'analyseur de spectre, à savoir un pic de résonance facilement repérable et un signal très peu bruité.

A ce titre, notre étude fera référence à trois micropoutres qui ont particulièrement été sollicitées pour les essais dans le cadre du projet de l'ANDRA dont les caractéristiques sont mentionnées dans le tableau 4.1.

Dénomination	Longueur L (μm)	Largeur b (μm)	Épaisseur h (μm)	Rapport b/h	Fréquence de résonance (*) (Hz)	Facteur de qualité théorique
<i>Bulbizarre</i> _{NE}	2000	400	15,7	25,5	5400	328,3
<i>Sabelette</i> _{SE}	6000	200	43,3	4,6	1600	439,4
<i>Nidorino</i> _{SE}	6000	1000	18,6	53,6	700	141,8

Tableau 4.1 : Caractéristiques des micropoutres utilisées en détection gazeuse

(*) : Fréquence de résonance théorique dans le vide

Un cycle de mesures est défini par l'enregistrement toutes les secondes des variations des valeurs de gain et de phase lorsque la micropoutre est soumise à un environnement gazeux pré-déterminé dans la cellule de mesure. Une **acquisition** représente l'ensemble des cycles de mesure sur une durée de 10 ou 30 minutes, en fonction du type de mesure et du nombre de cycles souhaités. Pour une acquisition de 30 minutes et pour une grande partie des essais réalisés, le changement de cycles s'effectue environ toutes les 3 minutes (ou 6 minutes), avec un retour à la base⁽¹⁾ après chaque cycle. Par exemple, lors d'un essai de détection d'hydrogène à quatre teneurs différentes dans l'azote (2%, 1%, 0,6% et 0,2%), une acquisition «classique» de 30 minutes correspond à l'ensemble des cycles suivants : 3min N₂, 3min N₂-H₂-2%, 3min N₂, 3min N₂+H₂-1%, 3min N₂, 3min N₂-H₂-0,6%, 3min N₂, 3min N₂+H₂-0,2%, 6 min N₂.

Avant chaque démarrage d'acquisition, la cellule de mesure contenant la micropoutre est soumise à un flux de gaz vecteur de 100 mL/min pendant une durée minimum de 10 minutes. L'acquisition peut alors être lancée, en vérifiant au préalable que la valeur d'humidité relative indiquée par le thermo-hygromètre soit inférieure à 1%HR. Sauf mention contraire, tous les mélanges gazeux ont été générés avec un débit total en sortie de réseau gaz de 100 mL/min.

. Essais en détection gazeuse

Le tableau 4.2 mentionne les différents types d'essais réalisés dans le cadre du projet de l'ANDRA et par extension, à la caractérisation de micropoutres sans couche sensible en détection gazeuse. Pour chaque type d'essai, une ou plusieurs micropoutres a(ont) été testée(s), aux teneurs de gaz interférent(s) précisées dans la présentation des cycles de mesure.

(1) Pour un mélange gazeux binaire, la base représente le gaz vecteur seul. Pour un mélange gazeux ternaire, la base est constituée par le mélange d'un gaz vecteur et d'un gaz interférent dont la concentration est fixe sur toute la durée de l'acquisition.

TYPE ESSAIS	N°	CYCLES
N_2+H_2	1	H ₂ -2% , H ₂ -1% , H ₂ -0,6% , H ₂ -0,2%
	3	H ₂ -0,2% , H ₂ -0,6% , H ₂ -1% , H ₂ -2%
N_2+CO_2	2	CO ₂ -2% , CO ₂ -1,5% , CO ₂ -1% , CO ₂ -0,5%
	4	CO ₂ -0,5% , CO ₂ -1% , CO ₂ -1,5% , CO ₂ -2%
$N_2 + H_2 + CO_2$	5	H ₂ -2% / CO ₂ -0,5% , CO ₂ -1% , CO ₂ -3%
	6	H ₂ -1% / CO ₂ -0,5% , CO ₂ -1% , CO ₂ -3%
	7	H ₂ -0,6% / CO ₂ -0,5% , CO ₂ -1% , CO ₂ -4%
	8	H ₂ -0,2% / CO ₂ -0,5% , CO ₂ -1% , CO ₂ -4,8%
$N_2 + CO_2 + H_2$	9	CO ₂ -3% / H ₂ -0,6% , H ₂ -1% , H ₂ -2%
	10	CO ₂ -1% / H ₂ -0,6% , H ₂ -1% , H ₂ -2%
	11	CO ₂ -0,5% / H ₂ -2% , H ₂ -1% , H ₂ -0,6% , H ₂ -0,2%
$Air + H_2$	12	H ₂ -2% , H ₂ -1% , H ₂ -0,6% , H ₂ -0,2%
$Air + CO_2$	13	CO ₂ -2% , CO ₂ -1,5% , CO ₂ -1% , CO ₂ -0,5%
$Air + H_2 + CO_2$	14	H ₂ -2% / CO ₂ -0,5% , CO ₂ -1% , CO ₂ -3%
	15	H ₂ -1% / CO ₂ -0,5% , CO ₂ -1% , CO ₂ -3%
	16	H ₂ -0,6% / CO ₂ -0,5% , CO ₂ -1% , CO ₂ -4%
	17	H ₂ -0,2% / CO ₂ -0,5% , CO ₂ -1% , CO ₂ -4%
$Air + CO_2 + H_2$	18	CO ₂ -1% / H ₂ -0,6% , H ₂ -1% , H ₂ -2%
$N_2 + H_2 + H_2O-50\%HR$	19	H ₂ -1% , H ₂ -0,5% , H ₂ -0,3% , H ₂ -0,1%
$N_2 + H_2 + H_2O-70\%HR$	20	H ₂ -1% , H ₂ -0,5% , H ₂ -0,3% , H ₂ -0,1%

Tableau 4.2 : Types d'essais réalisés et cycles de mesure associés (La base est en rouge dans le tableau).

. Présentation des résultats

Seuls les essais ayant un caractère déterminant pour notre étude de caractérisation seront présentés.

Les résultats pour un type d'essai en détection sont présentés dans la section IV-4 sous la forme de deux tableaux et un graphe. Un premier tableau, noté *Conditions*, indique la température et l'hygrométrie du mélange gazeux mesurés en sortie de la cellule de mesure et les variations de ces grandeurs au cours de l'acquisition (rappel : le thermo-hygromètre *Elcowa* présente une incertitude de 2,4%HR en hygrométrie et 0,24°C en température). Pour chaque teneur de mélange, les masses volumiques et les viscosités des mélanges gazeux générés sont renseignées. La fréquence propre de la micropoutre utilisée a été déterminée expérimentalement grâce à plusieurs acquisitions sous azote pur. La valeur indiquée sur ce tableau est une valeur moyenne associée à un écart-type inférieur à 100 mHz pour les trois micropoutres testées.

Un deuxième tableau, noté *Exploitation*, présente la comparaison entre le modèle théorique et expérimental de la variation de fréquence propre en fonction de la variation de masse volumique et de la viscosité du mélange gazeux à l'intérieur de la cellule (voir équation 4.28). Les valeurs des variations de fréquence propre théoriques $df_{0,theo.}$ et expérimentales $df_{0,exp}$ sont indiquées pour chaque teneur de mélange, avec le calcul de l'écart relatif. Les variations de fréquence propre expérimentales sont déterminées en calculant la différence entre la moyenne des valeurs obtenues lors d'un cycle de gaz interférent et la moyenne des valeurs obtenues lors d'un cycle de gaz vecteur (ou de base) précédant ou suivant le cycle de gaz interférent. La sensibilité $S\rho_f$, définie comme le rapport entre la variation de fréquence de résonance et la variation de masse volumique, est également mentionnée.

Enfin, un graphe réalisé sous *Excel* représente la variation de fréquence propre en fonction du temps d'acquisition, avec une échelle de fréquence appropriée pour la visualisation des cycles.

Remarque : la légende des graphes fait apparaître la mention «variation de fréquence de résonance » alors qu'il s'agit rigoureusement de la variation de fréquence propre de la micropoutre considérée.

Pour quelques essais, on a pu constater une légère dérive de la ligne de base durant l'acquisition, qui peut engendrer une difficulté à déterminer précisément les variations de fréquence de résonance entre chaque cycle. Un fit numérique approprié permet de s'affranchir de cette dérive en réajustant précisément la ligne de base sur le graphe.

IV-4 Résultats en détection

IV-4-1 Mélanges Azote - Hydrogène

. Micropoutre *Bulbizarre*

La caractérisation de la micropoutre *Bulbizarre* sous un mélange azote/hydrogène a été effectuée à deux reprises à 3 jours d'intervalle et pratiquement sous les mêmes conditions ambiantes (variation de température du gaz de 0,2°C entre les deux journées).

Cette méthode nous permet d'analyser la répétabilité de la mesure. Les données théoriques des deux tableaux sont donc considérées comme identiques pour ces deux essais.

- Conditions

Conditions ambiantes initiales		T=23,5°C ; Hum. : 0,3%HR	
Variations des conditions durant acquisition		$\Delta T < 0,1^\circ\text{C}$; $\Delta\text{HR} < 1\%\text{HR}$	
Masse volumique ρ_f et viscosité η_f du mélange gazeux	N ₂ + H ₂ .2%	$\rho_{f1} = 1,129 \text{ kg/m}^3$	$\eta_{f1} = 1,7625 \cdot 10^{-5} \text{ Pa.s}$
	N ₂ + H ₂ .1%	$\rho_{f2} = 1,140 \text{ kg/m}^3$	$\eta_{f2} = 1,7628 \cdot 10^{-5} \text{ Pa.s}$
	N ₂ + H ₂ .0,6%	$\rho_{f3} = 1,144 \text{ kg/m}^3$	$\eta_{f3} = 1,7629 \cdot 10^{-5} \text{ Pa.s}$
	N ₂ + H ₂ .0,2%	$\rho_{f4} = 1,149 \text{ kg/m}^3$	$\eta_{f4} = 1,7630 \cdot 10^{-5} \text{ Pa.s}$
Fréquence propre expérimentale f_0		5370,796 Hz	Span : 2Hz

Tableau 4.3 : Micropoutre Bulbizarre – Conditions des essais en environnement gazeux azote/hydrogène.

- Exploitation

	Cycles (acquisition 30 minutes)			
	N ₂ + H ₂ .2%	N ₂ + H ₂ .1%	N ₂ + H ₂ .0,6%	N ₂ + H ₂ .0,2%
$d\rho_f / \rho_f$ (%)	-1,856	-0,928	-0,557	-0,186
$d\eta_f / \eta_f$ (%)	-0,029	-0,014	-0,008	-0,003
df_0 theo. (Hz)	0,573	0,289	0,174	0,058
df_0 exp. essai 1 (Hz)	0,280	0,124	0,064	0,023
df_0 exp. essai 2 (Hz)	0,251	0,131	0,084	0,019
Ecart relatif essai 1	-51,2%	-57,1%	-63,3%	-60,5%
Ecart relatif essai 2	-56,2%	-54,7%	-51,8%	-67,4%
df_0 / f_0	$1,07 \cdot 10^{-4}$	$5,39 \cdot 10^{-5}$	$3,24 \cdot 10^{-5}$	$1,09 \cdot 10^{-5}$
$S\rho_f$ (Hz.kg ⁻¹ .m ³)	-26,84	-27,09	-27,19	-27,29

Tableau 4.4 : Résultats des essais 1 et 2 pour la micropoutre Bulbizarre en environnement gazeux azote/hydrogène.

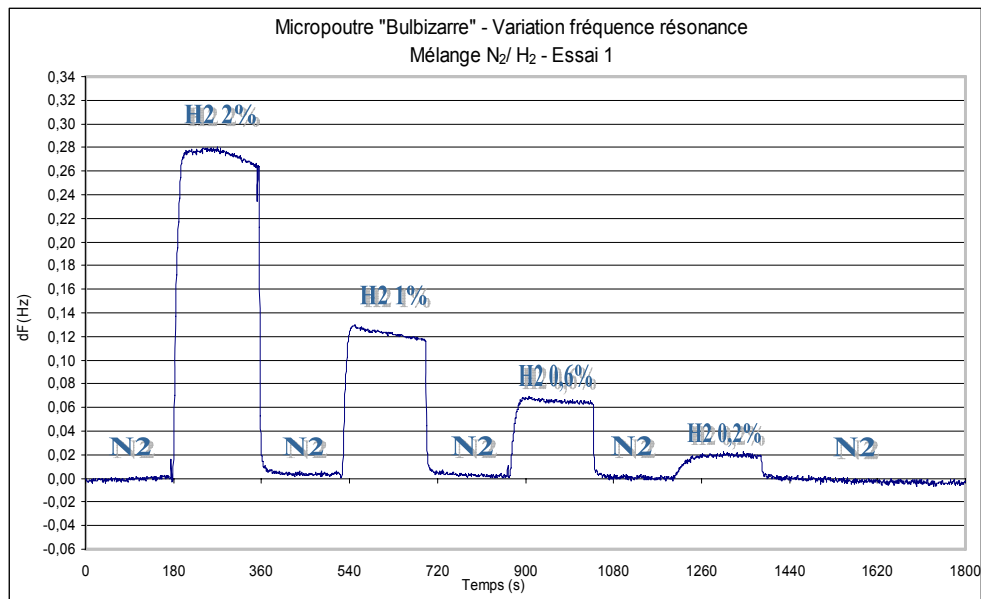


Figure 4.16 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Bulbizarre dans un mélange azote/hydrogène sur une acquisition de 30 minutes – Essai 1.

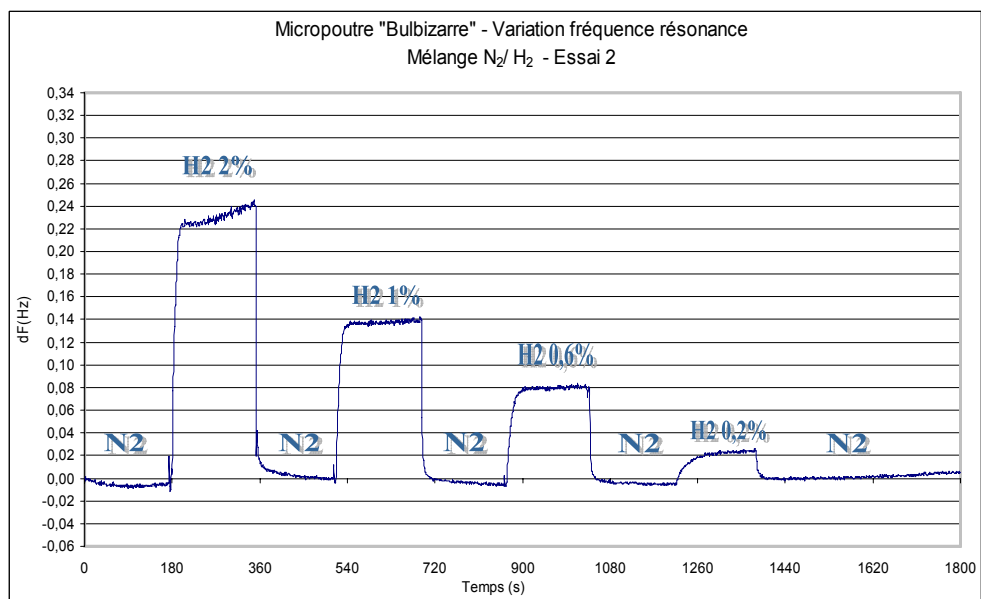


Figure 4.17 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Bulbizarre dans un mélange azote/hydrogène sur une acquisition de 30 minutes – Essai 2.

A la vue de ces premiers essais et comme prévu par la théorie, la fréquence propre de la micropoutre augmente de manière linéaire en fonction de la concentration d'hydrogène générée, avec une réponse quasi-instantanée. On constate également que sans aucun traitement de filtrage, une concentration d'hydrogène à 0,2% dans de l'azote est repérable sur les deux graphes. Une détection de concentration inférieure à 0,2% semble alors envisageable avec cette micropoutre. Néanmoins, les résultats obtenus montrent une différence importante avec le modèle théorique : la variation de fréquence propre mesurée est plus faible que celle prévue par le modèle théorique (écart relatif moyen de 50%). Cet écart ne peut pas être expliqué pour l'instant avec ces deux seuls essais sur une même micropoutre. D'autre part, la variation de la viscosité dynamique entre l'azote et le mélange azote/hydrogène à 2% entraîne une contribution inférieure à 0,0004% de la variation

de fréquence propre. Cette contribution négligeable nous amène à ne plus prendre en compte les variations de viscosité pour les mélanges azote-hydrogène dans les caractérisations suivantes. Enfin, la comparaison entre les deux essais montre une différence maximale de variation de fréquence propre de 20 mHz à des teneurs de 1%, 0,6% et 0,2% d'hydrogène dans l'azote. L'écart est de 30 mHz pour une teneur à 2% mais on peut raisonnablement attribuer une valeur inférieure à cette différence en supposant un temps de cycle plus long : en effet, en comparant le palier correspondant au cycle de 2% sur les deux graphes, la courbe est descendante pour l'essai 1 (Fig.4.16) et montante pour l'essai 2 (Fig.4.17).

. Micropoutre Sabelette

La caractérisation de la micropoutre *Sabelette* sous un mélange azote/hydrogène a été effectuée à plusieurs reprises et nous comparons cette fois-ci un type d'essai aux mêmes conditions ambiantes, avec des durées d'acquisition différentes : 30 minutes pour le 1^{er} essai et 10 minutes pour le 2^{eme} essai.

- Conditions

Conditions ambiantes initiales		T=23,5°C ; Hum. : 0,2%HR
Variations des conditions durant acquisition		$\Delta T < 0,2^\circ\text{C}$; $\Delta\text{HR} < 1\%\text{HR}$
Masse volumique ρ_f du mélange gazeux	N ₂ + H ₂ .2%	$\rho_{f1} = 1,131 \text{ kg/m}^3$
	N ₂ + H ₂ .1%	$\rho_{f2} = 1,142 \text{ kg/m}^3$
	N ₂ + H ₂ .0,6%	$\rho_{f3} = 1,146 \text{ kg/m}^3$
	N ₂ + H ₂ .0,2%	$\rho_{f4} = 1,151 \text{ kg/m}^3$
Fréquence propre expérimentale f_0		1655,337 Hz <i>Span</i> : 2Hz (1 ^{er} essai)

Tableau 4.5 : Micropoutre Sabelette – Conditions des essais en environnement gazeux azote/hydrogène.

- Exploitation

	Cycles (acquisition 30 minutes essai 1 et 10 minutes essai 2)			
	N ₂ + H ₂ .2%	N ₂ + H ₂ .1%	N ₂ + H ₂ .0,6%	N ₂ + H ₂ .0,2%
$d\rho_f / \rho_f$ (%)	-1,856	-0,928	-0,557	-0,186
df_0 theo. (Hz)	0,042	0,021	0,013	0,004
df_0 exp. essai 1 (Hz)	0,027	0,013	0,007	0,003
df_0 exp. essai 2 (Hz)	0,029	0,015	0,009	0,003
Ecart relatif essai 1	-36,3%	-37,3%	-42,5%	-30,4%
Ecart relatif essai 2	-31,6%	-30,3%	-29,3%	-28,1%
df_0 / f_0	$2,56 \cdot 10^{-5}$	$1,29 \cdot 10^{-5}$	$7,78 \cdot 10^{-6}$	$2,60 \cdot 10^{-6}$
$S\rho_f$ (Hz.kg ⁻¹ .m ³)	-1,98	-2,00	-2,01	-2,01

Tableau 4.6 : Résultats des essais 1 et 2 pour la micropoutre Sabelette en environnement gazeux azote/hydrogène.

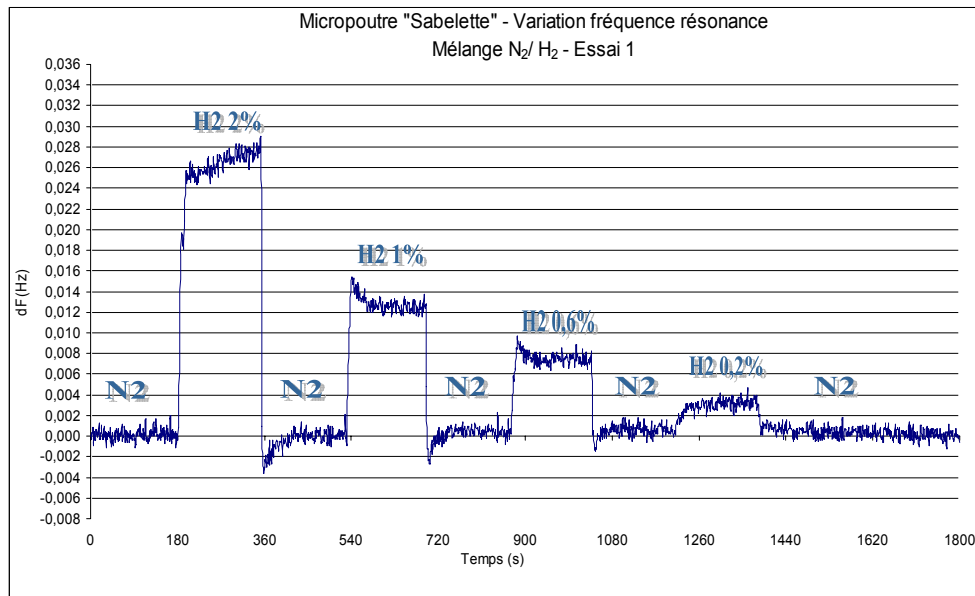


Figure 4.18 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Sabelette dans un mélange azote/hydrogène sur une acquisition de 30 minutes – Essai 1.

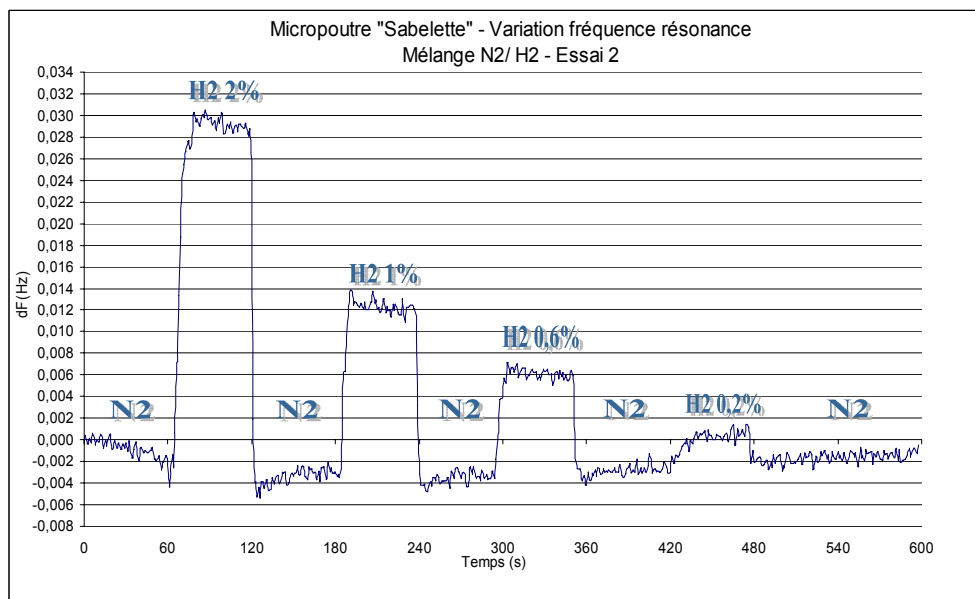


Figure 4.19 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Sabelette dans un mélange azote/hydrogène sur une acquisition de 10 minutes – Essai 2.

Avec cette micropoutre, on constate qu'il est également possible de détecter, sans traitement particulier, une concentration de 0,2% d'hydrogène dans de l'azote.

Cependant, par comparaison avec la micropoutre *Bulbizarre*, le bruit de mesure apparaît plus important sur les deux graphes précédents. Cette augmentation de bruit peut s'expliquer par le rapport largeur sur épaisseur (b/h) de la micropoutre *Sabelette*, environ cinq fois plus faible que la micropoutre *Bulbizarre*. En effet, la sensibilité vis-à-vis de la masse volumique du fluide et par conséquent le rapport signal/bruit sont accrus pour les rapports $(f_0 b/h)$ importants avec f_0 la fréquence propre de la micropoutre (voir IV-1). On observe également une meilleure concordance entre les mesures et le modèle théorique.

Les deux essais ont été réalisés sous les mêmes conditions ambiantes, mais avec une largeur de bande de fréquence autour de la fréquence de résonance (*SPAN*) différente (2Hz et 1 Hz). La

comparaison entre les deux essais montre alors une différence maximale de variation de fréquence propre de 2 mHz, ce qui tend à montrer que la valeur du *SPAN* n'a pas d'influence particulière sur la mesure de la variation de fréquence propre.

Micropoutre *Nidorino*

La caractérisation de la micropoutre *Nidorino* sous un mélange azote/hydrogène a été effectuée à deux reprises aux mêmes conditions ambiantes. Le premier essai présenté concerne une acquisition sous un environnement gazeux dont les teneurs en hydrogène sont définies dans le protocole de mesure. Le deuxième essai concerne une caractérisation comportant un seul cycle de mesure à une teneur maximale en hydrogène, soit pour une teneur de 5%.

- Conditions

Conditions ambiantes initiales		T=23,9°C ; Hum. : 0,1%HR
Variations des conditions durant		$\Delta T < 0,1^\circ\text{C}$; $\Delta\text{HR} < 1\%\text{HR}$ essai 1
Masse volumique ρ_f du mélange gazeux	N ₂ + H ₂ -5%	$\rho_{f0} = 1,096 \text{ kg/m}^3$
	N ₂ + H ₂ -2%	$\rho_{f1} = 1,128 \text{ kg/m}^3$
	N ₂ + H ₂ -1%	$\rho_{f2} = 1,139 \text{ kg/m}^3$
	N ₂ + H ₂ -0,6%	$\rho_{f3} = 1,143 \text{ kg/m}^3$
	N ₂ + H ₂ -0,2%	$\rho_{f4} = 1,147 \text{ kg/m}^3$
Fréquence propre expérimentale f_0		703,545 Hz <i>Span</i> : 2 Hz

Tableau 4.7 : Micropoutre Nidorino – Conditions des essais en environnement gazeux azote/hydrogène.

- Exploitation

	Cycles (acquisition 30 minutes)				
	N ₂ + H ₂ -5%	N ₂ + H ₂ -2%	N ₂ + H ₂ -1%	N ₂ + H ₂ -0,6%	N ₂ + H ₂ -0,2%
$d\rho_f / \rho_f$ (%)	-4,640	-1,856	-0,928	-0,557	-0,186
df_0 theo. (Hz)	0,383	0,158	0,080	0,048	0,016
df_0 exp. essai 1 (Hz)	-	0,113	0,054	0,034	0,012
df_0 exp. essai 2 (Hz)	0,296	-	-	-	-
Ecart relatif essai 1	-	-28,3%	-32,0%	-29,7%	-26,4%
Ecart relatif essai 2	-22,8%	-	-	-	-
df_0 / f_0	$5,45 \cdot 10^{-4}$	$2,24 \cdot 10^{-4}$	$1,13 \cdot 10^{-4}$	$6,81 \cdot 10^{-5}$	$2,28 \cdot 10^{-5}$
$S\rho_f$ (Hz.kg ⁻¹ .m ³)	-7,19	-7,39	-7,46	-7,49	-7,51

Tableau 4.8 : Résultats des essais 1 et 2 pour la micropoutre Nidorino en environnement gazeux azote/hydrogène.

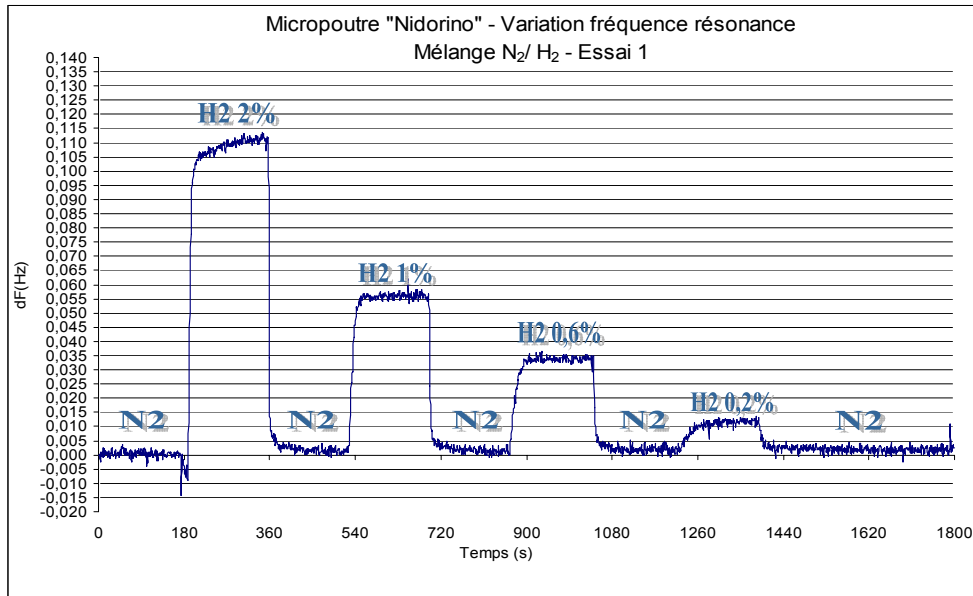


Figure 4.20 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Nidorino dans un mélange azote/hydrogène sur une acquisition de 30 minutes – Essai 1.

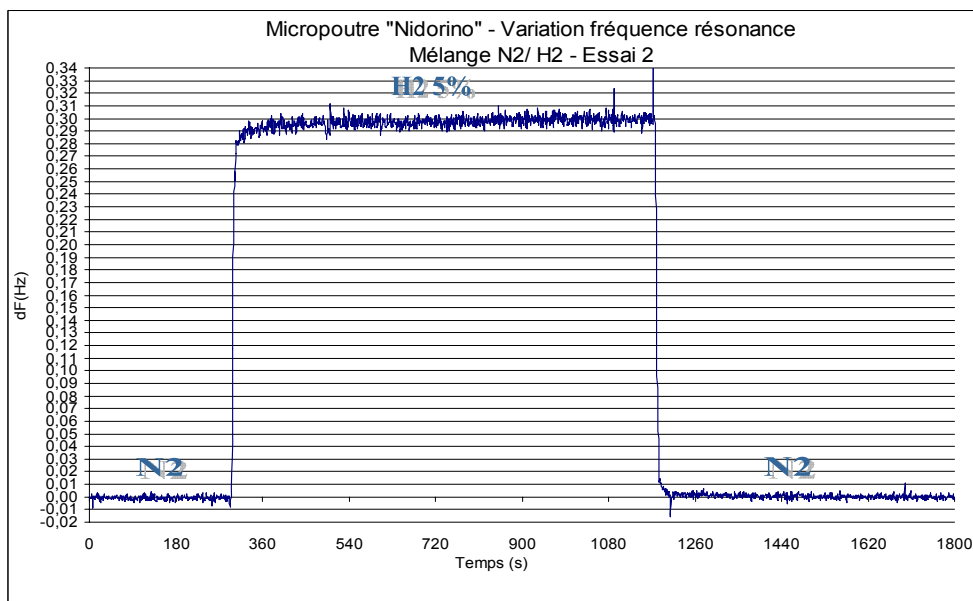


Figure 4.21 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Nidorino dans un mélange azote/hydrogène sur une acquisition de 30 minutes – Essai 2.

Pour cette micropoutre, les différentes concentrations d'hydrogène générées sont également toutes repérables sans difficultés. Une première observation : plus la fréquence propre de la micropoutre est faible, meilleure est la concordance entre le modèle théorique et les mesures réalisées. Lors de l'essai n°2 (Fig.4.21), la micropoutre est soumise à une teneur en hydrogène à 5% sur une durée de 15 minutes. On observe une bonne stabilité de la variation de fréquence propre sur cet intervalle de temps, avec un écart-type inférieur à 5 mHz pour une valeur moyenne de 0,296 Hz.

Sur les cinq essais de caractérisations en mélange azote/hydrogène de 2% à 0,2% H_2 présentés jusqu'à présent, on peut nettement observer, sur trois d'entre-eux et pour chacune des micropoutres testées, une légère dérive de la variation de fréquence propre sur le premier palier réalisé (2% H_2), avec une augmentation de l'ordre de 4 à 5 mHz sur une durée de 3 minutes de génération

d'hydrogène. Cette dérive initiale n'est pas visible sur les autres paliers de concentrations, mais elle est régulièrement constatée lors des essais. On observe d'ailleurs le même phénomène avec des mélanges air/hélium à la même concentration (*voir annexe 6*), ou encore azote/dioxyde de carbone (*voir section suivante et Fig.4.22*). L'explication de cette dérive pourrait à priori écarter l'hypothèse de l'influence des caractéristiques intrinsèques des gaz et se centrer sur la nature des écoulements gazeux (débits et homogénéité des concentrations à l'intérieur de la cellule de mesure ou encore l'influence de qualité de l'inertage de la ligne à gaz en pré-acquisition).

IV-4-2 Mélanges Azote - Dioxyde de carbone

Micropoutre Bulbizarre

- Conditions

Conditions ambiantes initiales		T=23,4°C ; Hum. : 0,3%HR	
Variations des conditions durant acquisition		$\Delta T < 0,1^\circ\text{C}$; $\Delta\text{HR} < 2\%\text{HR}$	
Masse volumique ρ_f du mélange gazeux	N ₂ + CO ₂ -2%	$\rho_{f1} = 1,164 \text{ kg/m}^3$	$\eta_{f1} = 1,755 \cdot 10^{-5} \text{ Pa.s}$
	N ₂ + CO ₂ -1,5%	$\rho_{f2} = 1,161 \text{ kg/m}^3$	$\eta_{f2} = 1,757 \cdot 10^{-5} \text{ Pa.s}$
	N ₂ + CO ₂ -1%	$\rho_{f3} = 1,158 \text{ kg/m}^3$	$\eta_{f3} = 1,759 \cdot 10^{-5} \text{ Pa.s}$
	N ₂ + CO ₂ -0,5%	$\rho_{f4} = 1,154 \text{ kg/m}^3$	$\eta_{f4} = 1,761 \cdot 10^{-5} \text{ Pa.s}$
Fréquence propre expérimentale f_0		5370,796 Hz	Span : 5Hz

Tableau 4.9 : Micropoutre Bulbizarre – Conditions de l'essai en environnement gazeux azote /dioxyde de carbone.

- Exploitation

	Cycles (acquisition 30 minutes)			
	N ₂ + CO ₂ -2%	N ₂ + CO ₂ -1%	N ₂ + CO ₂ -0,6%	N ₂ + CO ₂ -0,2%
$d\rho_f / \rho_f$ (%)	1,142	0,857	0,571	0,286
df_0 theo. (Hz)	-0,364	-0,272	-0,181	-0,090
df_0 exp. (Hz)	-0,201	-0,147	-0,100	-0,048
Ecart relatif	-44,7%	-45,9%	-44,7%	-46,8%
df_0 / f_0	$-6,77 \cdot 10^{-5}$	$-5,06 \cdot 10^{-5}$	$-3,37 \cdot 10^{-5}$	$-1,68 \cdot 10^{-5}$
$S\rho_f$ (Hz.kg ⁻¹ .m ³)	-27,65	-27,57	-27,49	-27,41

Tableau 4.10 : Résultats de l'essai pour la micropoutre Bulbizarre en environnement gazeux azote/dioxyde de carbone.

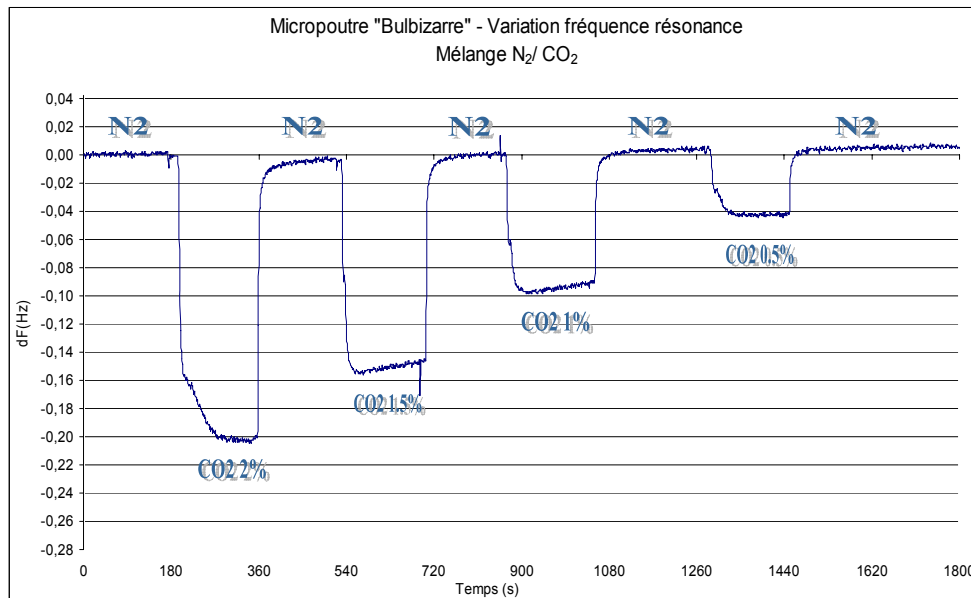


Figure 4.22 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Bulbizarre dans un mélange azote/dioxyde de carbone sur une acquisition de 30 minutes.

Comme attendu par la théorie, la fréquence propre de la micropoutre diminue de manière linéaire en fonction de la concentration de dioxyde de carbone générée, car le dioxyde de carbone est plus dense que l'azote. L'écart relatif entre le modèle théorique et les mesures (environ 45%) est légèrement inférieur à celui obtenu avec le mélange azote/hydrogène (environ 55%).

Les paliers correspondants aux teneurs de 1,5% et 1% de CO₂ montrent une légère dérive de la variation de fréquence propre, qui se retrouve sur plusieurs essais effectués avec des mélanges azote/dioxyde de carbone. Une analyse relative aux mécanismes physico-chimiques liés aux écoulements du CO₂ constituerait une piste intéressante pour l'explication de cette dérive.

D'autre part, la variation de la viscosité dynamique entre l'azote et le mélange azote/dioxyde de carbone à 2% est inférieure à celle du mélange azote/hydrogène, entraînant une contribution encore plus négligeable sur la variation de fréquence propre. Les variations de viscosité pour les mélanges gazeux générés ne seront alors plus prises en compte dans les calculs.

Enfin, comme pour les mélanges azote/hydrogène, des essais supplémentaires ont été effectués en changeant l'ordre des paliers (de 0,2% à 2% de gaz interfèrent). Aucun effet d'hystérésis n'a été constaté pour les essais réalisés (n°2 et n°4 du protocole de mesure).

IV-4-3 Ligne de base Azote / Air

Avant de réaliser des détections d'hydrogène dans l'air reconstitué, il est important de contrôler la variation de la ligne de base lors d'un changement de gaz vecteur. A ce titre, deux essais sont alors réalisés avec la micropoutre *Sabelette*, sous des conditions de mesures proches, durant une acquisition de 10 minutes. Au bout de 5 minutes de génération d'azote sec à un débit de 100 mL/min, on bascule la vanne manuelle A du réseau gaz (voir Fig.2.9). L'air reconstitué est alors régulé au même débit.

Micropoutre Sabelette

- Conditions

Conditions ambiantes initiales		1 ^{er} essai : T=23,1°C ;	2eme essai : T=23,3°C ;
Variations des conditions durant acquisition		$\Delta T < 0,1^\circ\text{C}$; $\Delta HR < 0,2\%HR$	
Masse volumique ρ_f	AZOTE	$\rho_{N_2-1} = 1,1524 \text{ kg/m}^3$	$\rho_{N_2-2} = 1,1516 \text{ kg/m}^3$
	AIR	$\rho_{AIR-1} = 1,1852 \text{ kg/m}^3$	$\rho_{AIR-2} = 1,1844 \text{ kg/m}^3$
Fréquence propre expérimentale f_0		1655,337 Hz	Span : 1Hz

Tableau 4.11 : Micropoutre Sabelette - Conditions des essais de variations de la ligne de base

- Exploitation

	Cycles (acquisition 10 minutes)	
	Essai 1	Essai 2
$d\rho_r / \rho_r$ (%)	2,845	
df_0 theo. (Hz)	-0,045	
df_0 exp. (Hz)	-0,075	-0,073
Ecart relatif	68,1%	63,7%
df_0 / f_0	$-2,70 \cdot 10^{-5}$	
$S\rho_f$ (Hz.kg ⁻¹ .m ³)	-1,36	

Tableau 4.12 : Résultats des essais 1 et 2 pour la micropoutre Sabelette

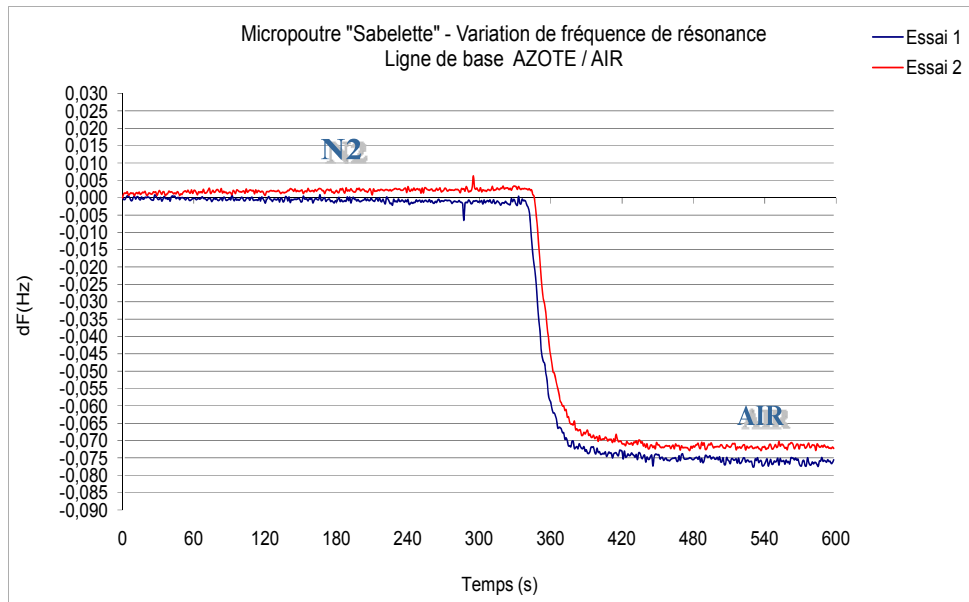


Figure 4.23 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Sabelette pour les essais 1 et 2 relatifs à la variation de la ligne de base.

Comme attendu par la théorie, la fréquence propre de la micropoutre diminue de façon quasi-instantanée dès que l'azote est remplacé par de l'air reconstitué, mais cette fois-ci, la valeur de variation théorique est inférieure à celle des mesures, avec un écart relatif d'environ 65%. Un effet de masse supplémentaire dû à l'adsorption d'oxygène à la surface de la micropoutre est une hypothèse pouvant expliquer ce phénomène. Des mesures effectuées à différents débits et avec

différentes micropoutres montrent des résultats similaires avec une moyenne de variation relative de fréquence propre df_0 / f_0 de $2,6 \cdot 10^{-5}$.

Il est également intéressant de constater que, conformément au modèle théorique, la diminution de la fréquence propre est bien plus grande lors d'un changement azote / air que celle correspondant à la présence de 0,2% d'hydrogène.

IV-4-4 Mélanges Air – Hydrogène

Lors des générations de mélanges gazeux binaires avec l'utilisation de l'azote en tant que gaz vecteur, le calcul de la masse volumique du mélange M réalisé est effectué à partir de la fraction volumique et la masse volumique du gaz interférent i , ainsi que la masse volumique de l'azote, à partir de l'équation 4.56.

$$\rho_M = \rho_i x_i + \rho_{N_2} (1 - x_i) \quad (Eq.4.56)$$

avec ρ_M la masse volumique du mélange M réalisé avec de l'azote pur (en kg/m^3), ρ_i la masse volumique du gaz interférent i (en kg/m^3), ρ_{N_2} la masse volumique de l'azote pur (en kg/m^3) et x_i la fraction volumique (ou molaire) du gaz interférent i dans le mélange M .

Pour le calcul de la masse volumique des mélanges gazeux générés avec de l'air reconstitué en tant que gaz vecteur, l'équation précédente avait été initialement exploitée en remplaçant la masse volumique de l'azote par la masse volumique de l'air reconstitué. Mais cette démarche engendre une erreur sur le calcul de la valeur de la masse volumique du mélange généré, car on utilise dans ce cas la même bouteille de mélange azote/hydrogène à 5% que lors des essais avec l'azote en gaz vecteur et non pas une bouteille avec une teneur de 5% d'hydrogène dans de l'air reconstitué. Par conséquent, les valeurs de variation de fréquence propre obtenues lors des essais ne correspondaient pas initialement avec celles attendues par le modèle théorique. Ces différences nous ont alors amené à nous interroger sur l'exactitude de la mesure de débit suivant que le régulateur de débit massique du gaz vecteur est utilisé avec de l'azote ou avec de l'air reconstitué (voir section III-6) ou sur un éventuel effet de l'oxygène au niveau de la surface de la micropoutre. Finalement, seule l'erreur de calcul de masse volumique du mélange réalisé, détectée tardivement, peut expliquer les écarts observés.

Afin de calculer la masse volumique (corrigée) du mélange gazeux réalisée à partir de l'air reconstitué, il est nécessaire de déterminer au préalable les fractions volumiques des constituants du mélange gazeux, à partir des consignes de débits massiques (rapportés en unités de mesures volumétriques). Le tableau 4.13 présente alors les fractions volumiques des constituants d'un mélange air reconstitué / azote-hydrogène avec les bouteilles de gaz actuelles (voir II-2-2), pour des teneurs en hydrogène variant de 2% à 0,2%.

Teneur en hydrogène (%-vol)	Consigne de débit de l'air reconstitué (en mL/min)	Consigne de débit du mélange N ₂ /H ₂ -5,02% (en mL/min)	Fraction volumique d'hydrogène x_{H_2}	Fraction volumique d'oxygène x_{O_2}	Fraction volumique d'azote x_{N_2}
2% H ₂	60,16	39,84	0,020	0,120	0,860
1% H ₂	80,08	19,92	0,010	0,160	0,830
0,6%H ₂	88,05	11,95	0,006	0,176	0,818
0,2%H ₂	96,02	3,98	0,002	0,192	0,806

Tableau 4.13 : Fractions volumiques des constituants gazeux des mélanges air reconstitué / azote-hydrogène réalisés à partir des régulateurs de débit massique.

Le tableau 4.13 nous montre que nous ne réalisons pas rigoureusement des mélanges air reconstitué /hydrogène puisque la proportion azote/oxygène dépend de la teneur en hydrogène et n'est donc pas fixée aux teneurs de 80% d'azote et 20% d'oxygène. Les essais vont cependant nous permettre de voir s'il existe une différence de réponse de la micropoutre entre des essais réalisés avec de l'azote pur et des essais réalisés avec de l'azote et de l'oxygène.

A l'aide du tableau 4.13 et de l'équation 4.31 permettant de calculer la masse volumique d'un mélange idéal de gaz parfaits, nous pouvons désormais déterminer désormais la masse volumique ρ_f des mélanges gazeux réalisés avec de l'air reconstitué et de l'hydrogène, aux conditions ambiantes des essais mentionnées dans les tableaux *Conditions*. A la différence des essais réalisés avec un mélange azote/hydrogène, cette section présente deux essais avec la micropoutre *Bulbizarre*, sous des conditions ambiantes différentes : la température et l'hygrométrie en sortie de la cellule de mesure diffèrent respectivement de 0,8°C et 5%HR entre les deux essais. Les caractérisations des micropoutres *Sabelette* et *Nidorino* soumises aux mêmes teneurs d'hydrogène dans l'air reconstitué (2%-1%-0,6%-0,2%) sont également présentées en suivant, avec un seul essai pour chaque micropoutre.

. Micropoutre *Bulbizarre*

- Conditions

Conditions ambiantes initiales		Essai 1	Essai 2
		T=24,4°C ;	T=23,6°C ;
Variations des conditions durant acquisition		$\Delta T < 0,1^\circ\text{C}$;	$\Delta T < 0,1^\circ\text{C}$;
Masse volumique ρ_f du mélange gazeux	Air + H ₂ -2%	$\rho_{r1} = 1,146 \text{ kg/m}^3$	$\rho_{r5} = 1,149 \text{ kg/m}^3$
	Air + H ₂ -1%	$\rho_{r2} = 1,163 \text{ kg/m}^3$	$\rho_{r6} = 1,166 \text{ kg/m}^3$
	Air + H ₂ -0,6%	$\rho_{r3} = 1,170 \text{ kg/m}^3$	$\rho_{r7} = 1,173 \text{ kg/m}^3$
	Air + H ₂ -0,2%	$\rho_{r4} = 1,177 \text{ kg/m}^3$	$\rho_{r8} = 1,180 \text{ kg/m}^3$
Fréquence propre expérimentale f_0		5370,796 Hz	

*Tableau 4.14 : Micropoutre *Bulbizarre* – Conditions des essais en environnement gazeux air reconstitué /hydrogène.*

- Exploitation

	Cycles (acquisition 30 minutes)			
	Air + H ₂ -2%	Air + H ₂ -1%	Air + H ₂ -0,6%	Air + H ₂ -0,2%
$d\rho_f / \rho_f$ (%) essais 1 et 2	-2,907	-1,453	-0,872	-0,292
df_0 theo. (Hz) essai 1	0,911	0,462	0,279	0,094
df_0 exp. essai 1 (Hz)	0,511	0,249	0,145	0,047
df_0 theo. (Hz) essai 2	0,913	0,463	0,279	0,094
df_0 exp. essai 2 (Hz)	0,442	0,237	0,144	0,046
Ecart relatif essai 1	-43,9%	-46,1%	-48,0%	-49,9%
Ecart relatif essai 2	-51,6%	-48,8%	-48,5%	-51,1%
df_0 / f_0 essai 1	$1,70 \cdot 10^{-4}$	$8,60 \cdot 10^{-5}$	$5,19 \cdot 10^{-5}$	$1,75 \cdot 10^{-5}$
df_0 / f_0 essai 2	$1,70 \cdot 10^{-4}$	$8,62 \cdot 10^{-5}$	$5,20 \cdot 10^{-5}$	$1,75 \cdot 10^{-5}$
$S\rho_f$ (Hz.kg ⁻¹ .m ³) essai 1	-26,53	-26,91	-27,06	-27,15
$S\rho_f$ (Hz.kg ⁻¹ .m ³) essai 2	-26,54	-26,94	-27,09	-27,25

*Tableau 4.15 : Résultats des essais 1 et 2 pour la micropoutre *Bulbizarre* en environnement gazeux air reconstitué /hydrogène.*

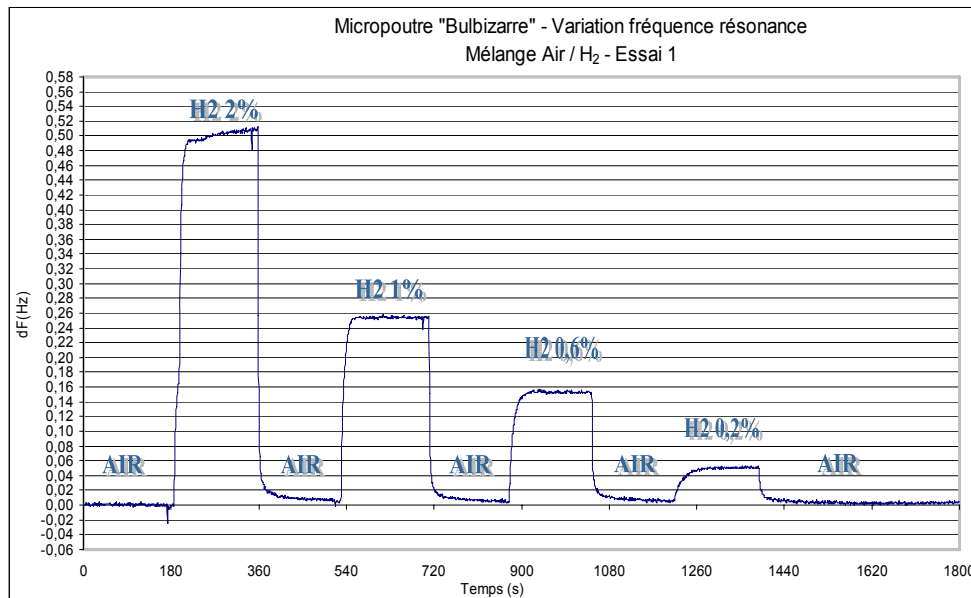


Figure 4.24 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Bulbizarre dans un mélange air reconstitué /hydrogène sur une acquisition de 30 minutes- Essai 1.

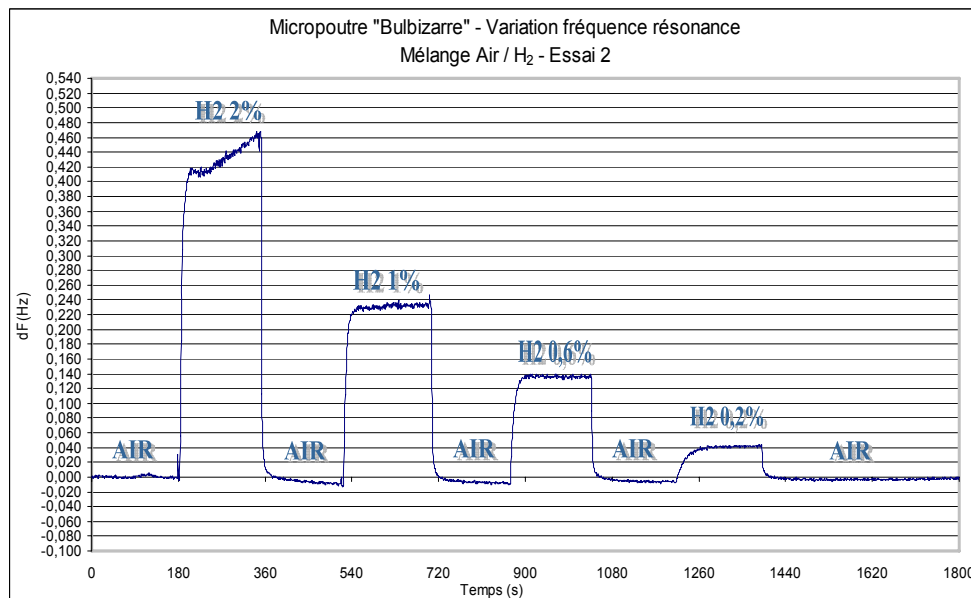


Figure 4.25 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Bulbizarre dans un mélange air reconstitué /hydrogène sur une acquisition de 30 minutes- Essai 2.

Micropoutre Sabelette

- Conditions

Conditions ambiantes initiales		T=23,5°C ; Hum. : 0,9%HR
Variations des conditions durant acquisition		$\Delta T < 0,2^\circ\text{C}$; $\Delta\text{HR} < 2\%\text{HR}$
Masse volumique ρ_f du mélange gazeux	Air + H ₂ -2%	$\rho_{f1} = 1,149 \text{ kg/m}^3$
	Air + H ₂ -1%	$\rho_{f2} = 1,166 \text{ kg/m}^3$
	Air + H ₂ -0,6%	$\rho_{f3} = 1,173 \text{ kg/m}^3$
	Air + H ₂ -0,2%	$\rho_{f4} = 1,180 \text{ kg/m}^3$
Fréquence propre expérimentale f_0		1655,337 Hz Span : 1Hz

Tableau 4.16 : Micropoutre Sabelette – Conditions de l'essai en environnement gazeux air reconstitué /hydrogène.

- Exploitation

	Cycles (acquisition 30 minutes)			
	Air + H ₂ 2%	Air + H ₂ 1%	Air + H ₂ 0,6%	Air + H ₂ 0,2%
$d\rho_f / \rho_f$ (%)	-2,907	-1,453	-0,872	-0,292
df_0 theo. (Hz)	0,067	0,034	0,021	0,007
df_0 exp. (Hz)	0,062	0,030	0,019	0,007
Ecart relatif	-8,1%	-12,3%	-8,0%	0,8%
df_0 / f_0	$4,07 \cdot 10^{-5}$	$2,07 \cdot 10^{-5}$	$1,25 \cdot 10^{-5}$	$4,20 \cdot 10^{-6}$
$S\rho_f$ (Hz.kg ⁻¹ .m ³)	-1,96	-1,99	-2,00	-2,01

Tableau 4.17 : Résultats de l'essai pour la micropoutre Sabelette en environnement gazeux air reconstitué /hydrogène.

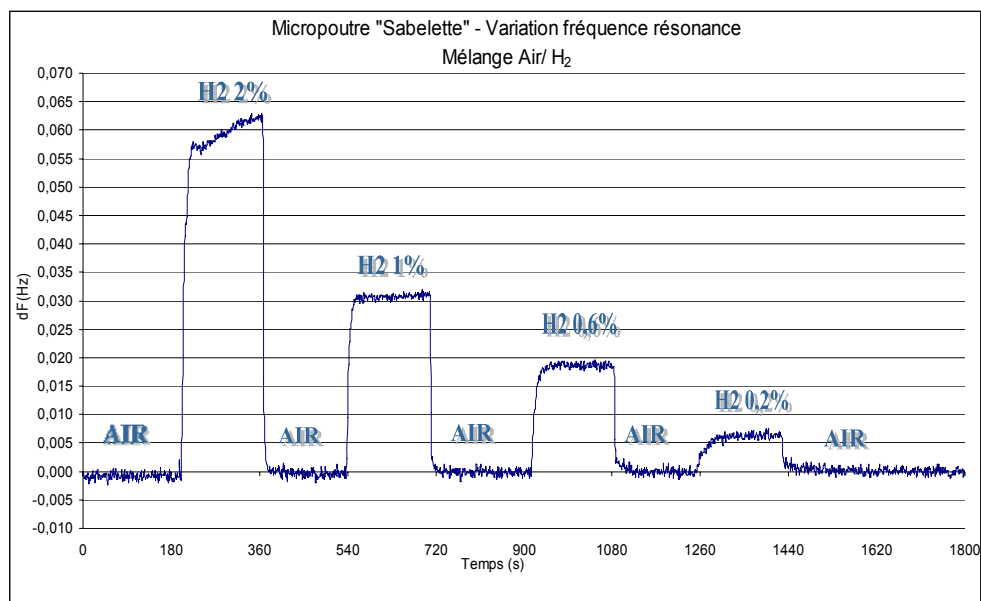


Figure 4.26 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Sabelette dans un mélange air reconstitué /hydrogène sur une acquisition de 30 minutes.

. Micropoutre Nidorino

- Conditions

Conditions ambiantes initiales		T=24°C ; Hum. : 2,9%HR
Variations des conditions durant acquisition		$\Delta T < 0,1^\circ\text{C}$; $\Delta\text{HR} < 2\%\text{HR}$
Masse volumique ρ_f du mélange gazeux	Air + H ₂ 2%	$\rho_{f1} = 1,147 \text{ kg/m}^3$
	Air + H ₂ 1%	$\rho_{f2} = 1,164 \text{ kg/m}^3$
	Air + H ₂ 0,6%	$\rho_{f3} = 1,171 \text{ kg/m}^3$
	Air + H ₂ 0,2%	$\rho_{f4} = 1,178 \text{ kg/m}^3$
Fréquence propre expérimentale f_0		703,545 Hz <i>Span</i> : 2Hz

Tableau 4.18 : Micropoutre Nidorino – Conditions de l'essai en environnement gazeux air reconstitué /hydrogène.

- Exploitation

	Cycles (acquisition 30 minutes)			
	Air + H ₂ -2%	Air + H ₂ -1%	Air + H ₂ -0,6%	Air + H ₂ -0,2%
$d\rho_f / \rho_f$ (%)	-2,907	-1,453	-0,872	-0,292
df_0 theo. (Hz)	0,251	0,127	0,077	0,026
df_0 exp. (Hz)	0,186	0,088	0,050	0,017
Ecart relatif	-25,9%	-30,9%	-34,9%	-34,2%
df_0 / f_0	$3,57.10^{-4}$	$1,81.10^{-4}$	$1,09.10^{-4}$	$3,67.10^{-5}$
$S\rho_f$ (Hz.kg ⁻¹ .m ³)	-7,31	-7,41	-7,46	-7,50

Tableau 4.19 : Résultats de l'essai pour la micropoutre Nidorino en environnement gazeux air reconstitué /hydrogène.

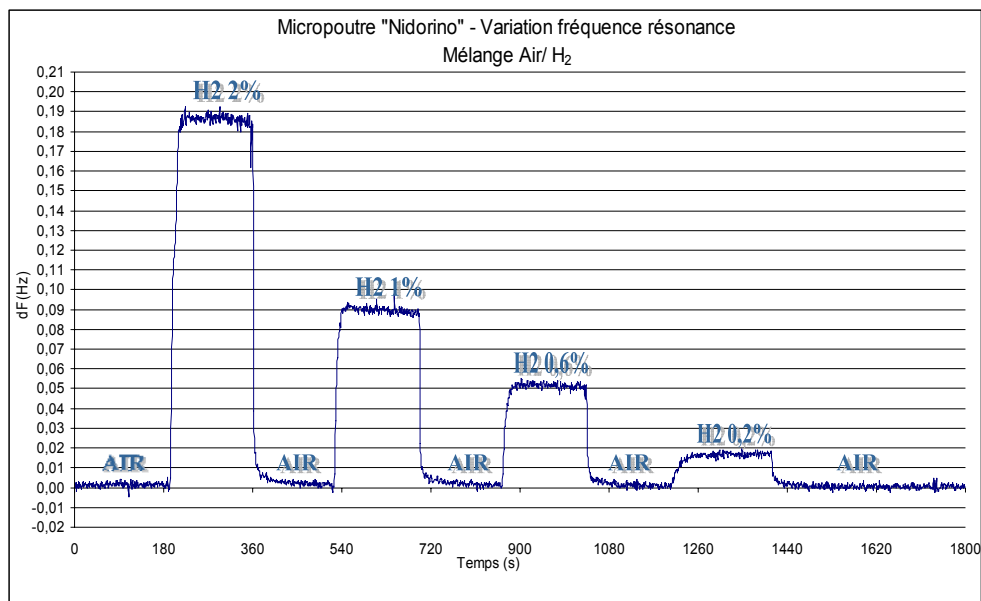


Figure 4.27 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Nidorino dans un mélange air reconstitué /hydrogène sur une acquisition de 30 minutes.

Les essais réalisés avec des mélanges air reconstitué /hydrogène pour chacune des trois micropoutres testées montrent des réponses identiques à ceux des essais effectués avec de l'azote pur, en terme de stabilité des paliers (écart-type moyen de 3mHz, excepté pour les premiers paliers à 2% d'hydrogène) et de temps de réponse.

La concordance des essais avec le modèle théorique est proche de celle observée avec les mélanges azote / hydrogène sur les micropoutres *Bulbizarre* et *Nidorino* : l'écart relatif moyen est d'environ 48% avec la micropoutre *Bulbizarre* (58% lors des essais avec l'azote) et 31% avec la micropoutre *Nidorino* (29% lors des essais avec l'azote). Les essais réalisés avec la micropoutre *Sabelette* montrent une bonne concordance avec le modèle théorique (écart relatif moyen inférieur à 7%) alors que cet écart est plus important pour les essais réalisés avec l'azote (environ 33%). Par ailleurs, lors des essais en mélange azote/hydrogène, nous avons remarqué que plus la fréquence propre de la micropoutre était faible, meilleure était la concordance entre le modèle théorique et les mesures réalisées. Cette observation n'est plus reproductible avec les essais air/hydrogène : en effet, la fréquence propre de la micropoutre *Nidorino* est inférieure à celle de *Sabelette* alors qu'elle affiche un écart relatif plus important entre théorie et expérience.

IV-4-5 Mélange ternaire azote-hydrogène-dioxyde de carbone

Dans le cadre des essais de génération de mélanges ternaires, seule la micropoutre *Bulbizarre* a pu être testée, avec quatre essais caractérisés par une base azote/hydrogène fixe (0,2%, 0,6%, 1% et 2% - n° des essais de 5 à 8 sur le protocole de mesure). Pour chacun des essais, on effectue trois paliers de concentration variable en CO₂ : 0,5%, 1% et une teneur supérieure ou égale à 3% (appelée «teneur max » sur le graphe représentant les variations de fréquence propre des quatre essais).

Micropoutre *Bulbizarre*

- Conditions

Conditions ambiantes initiales		T= 21,7°C à 23,9°C ; Hum. : 0,4%HR	
Variations des conditions durant acquisition		ΔT< 0,1°C ; ΔHR< 4%HR	
Masse volumique du mélange gazeux ρ_f	ESSAI N°5	N ₂ + H ₂ .2%	$\rho_{f1} = 1,136 \text{ kg/m}^3$
		N ₂ + H ₂ .2% + CO ₂ -0,5%	$\rho_{f2} = 1,139 \text{ kg/m}^3$
		N ₂ + H ₂ .2% + CO ₂ -1%	$\rho_{f3} = 1,142 \text{ kg/m}^3$
		N ₂ + H ₂ .2% + CO ₂ -3%	$\rho_{f4} = 1,156 \text{ kg/m}^3$
	ESSAI N°6	N ₂ + H ₂ .1%	$\rho_{f5} = 1,147 \text{ kg/m}^3$
		N ₂ + H ₂ .1% + CO ₂ -0,5%	$\rho_{f6} = 1,150 \text{ kg/m}^3$
		N ₂ + H ₂ .1% + CO ₂ -1%	$\rho_{f7} = 1,154 \text{ kg/m}^3$
		N ₂ + H ₂ .1% + CO ₂ -3%	$\rho_{f8} = 1,167 \text{ kg/m}^3$
	ESSAI N°7	N ₂ + H ₂ .0,6%	$\rho_{f9} = 1,145 \text{ kg/m}^3$
		N ₂ + H ₂ .0,6% + CO ₂ -0,5%	$\rho_{f10} = 1,148 \text{ kg/m}^3$
		N ₂ + H ₂ .0,6% + CO ₂ -1%	$\rho_{f11} = 1,151 \text{ kg/m}^3$
		N ₂ + H ₂ .0,6% + CO ₂ -4%	$\rho_{f12} = 1,171 \text{ kg/m}^3$
	ESSAI N°8	N ₂ + H ₂ .0,2%	$\rho_{f13} = 1,147 \text{ kg/m}^3$
		N ₂ + H ₂ .0,2% + CO ₂ -0,5%	$\rho_{f14} = 1,150 \text{ kg/m}^3$
		N ₂ + H ₂ .0,2% + CO ₂ -1%	$\rho_{f15} = 1,154 \text{ kg/m}^3$
		N ₂ + H ₂ .0,2% + CO ₂ -4,8%	$\rho_{f16} = 1,179 \text{ kg/m}^3$
Fréquence propre expérimentale f_0		5370,796 Hz	Span : 5Hz

Tableau 4.20 : Micropoutre Bulbizarre – Conditions des essais en environnement gazeux azote-hydrogène /dioxyde de carbone.

- Exploitation

	Cycles (acquisition 30 minutes)					
	N ₂ + H ₂ .2% + CO ₂ -0,5%	N ₂ + H ₂ .2% + CO ₂ -1%	N ₂ + H ₂ .2% + CO ₂ -3%	N ₂ + H ₂ .1% + CO ₂ -0,5%	N ₂ + H ₂ .1% + CO ₂ -1%	N ₂ + H ₂ .1% + CO ₂ -3%
$d\rho_f / \rho_f$ (%)	0,300	0,601	1,803	0,293	0,586	1,758
df_0 theo. (Hz)	-0,094	-0,188	-0,570	-0,092	-0,185	-0,561
df_0 exp. (Hz)	-0,044	-0,063	-0,148	-0,017	-0,044	-0,237
Ecart relatif	-53,0%	-66,4%	-74,0%	-81,6%	-76,2%	-57,7%
df_0 / f_0	$-1,74.10^{-5}$	$-3,49.10^{-5}$	$-1,06.10^{-4}$	$-1,72.10^{-5}$	$-3,44.10^{-5}$	$-1,04.10^{-4}$

Tableau 4.21-1 : Résultats des quatre essais pour la micropoutre Bulbizarre en environnement gazeux azote-hydrogène /dioxyde de carbone.

	Cycles (acquisition 30 minutes)					
	N ₂ + H ₂ -0,6% + CO ₂ -0,5%	N ₂ + H ₂ -0,6% + CO ₂ -1%	N ₂ + H ₂ -0,6% + CO ₂ -4%	N ₂ + H ₂ -0,2% + CO ₂ -0,5%	N ₂ + H ₂ -0,2% + CO ₂ -1%	N ₂ + H ₂ -0,2% + CO ₂ -4,8%
$d\rho_f / \rho_f$ (%)	0,290	0,580	2,320	0,287	0,574	2,756
df_0 theo. (Hz)	-0,091	-0,183	-1,238	-0,090	-0,181	-0,888
df_0 exp. (Hz)	-0,028	-0,049	-0,371	-0,044	-0,090	-0,440
Ecart relatif	-69,3%	-73,2%	-50,1%	-51,3%	-50,3%	-50,4%
df_0 / f_0	$-1,69.10^{-5}$	$-3,40.10^{-5}$	$-1,38.10^{-4}$	$-1,68.10^{-5}$	$-3,37.10^{-5}$	$-1,65.10^{-4}$

Tableau 4.21-2 : Résultats des quatre essais pour la micropoutre Bulbizarre en environnement gazeux azote-hydrogène /dioxyde de carbone- suite.

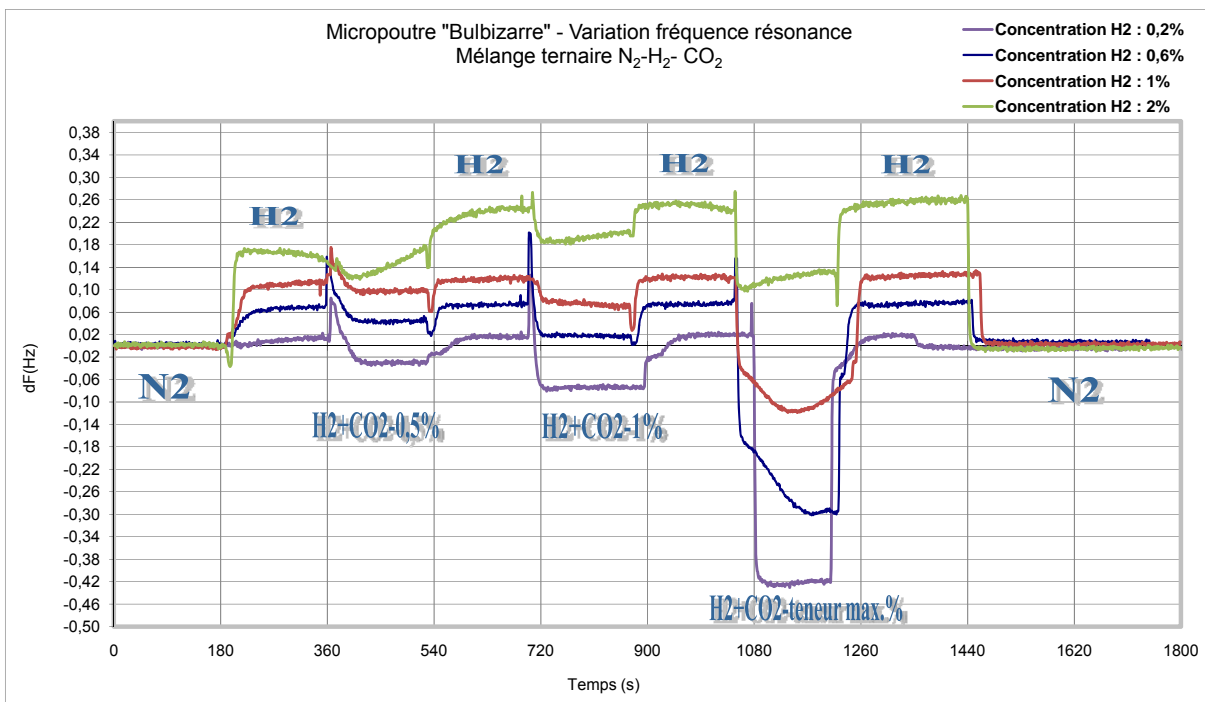


Figure 4.28 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Bulbizarre dans un mélange azote – hydrogène / dioxyde de carbone sur une acquisition de 30 minutes.

Pour ces quatre essais, on trouve des allures de courbe attendues : la fréquence propre de la micropoutre augmente lors de l'ajout d'une concentration fixée d'hydrogène ; le mélange azote/hydrogène constituant la ligne de base du mélange ternaire. Ensuite, l'ajout de dioxyde de carbone entraîne une diminution de la fréquence propre dont la valeur est fonction de la concentration de dioxyde de carbone générée. Les écarts relatifs entre le modèle théorique et les mesures pour chacun des essais et pour les trois teneurs en dioxyde de carbone générées sont plus importants que ceux générés avec des mélanges binaires et ne semblent pas dépendre de la teneur de ces deux gaz interférents.

On remarque également à partir des graphes certaines anomalies dans les essais : dans l'essai à 2% d'hydrogène, la ligne de base est tronquée pour le premier palier avec un écart de 80 mHz par rapport aux autres paliers. De plus, l'ajout d'une forte teneur en dioxyde de carbone entraîne des allures de courbes surprenantes pour les teneurs en hydrogène à 1% et 0,6%.

Il serait alors intéressant d'effectuer les mêmes essais de mélange ternaire avec des temps de paliers plus importants pour voir si le phénomène est reproductible.

IV-4-6 Mélange ternaire air reconstitué-hydrogène-dioxyde de carbone

Comme pour les essais relatifs à des détections air reconstitué / hydrogène (voir IV-4-4), le calcul des masses volumiques des mélanges ternaires générés avec de l'air reconstitué impose la détermination des fractions volumiques des constituants gazeux dans les mélanges réalisés. Le tableau 4.22 présente alors les fractions volumiques des constituants d'un mélange air reconstitué / azote-hydrogène / azote-dioxyde de carbone avec les bouteilles de gaz actuelles (voir II-2-2), pour une teneur en hydrogène de 2% et des teneurs en dioxyde de carbone variant de 0,5% à 3%.

Teneur en dioxyde de carbone (%-vol)	Consigne de débit de l'air reconstitué (en mL/min)	Consigne de débit du mélange N ₂ /H ₂ -5,02% (en mL/min)	Consigne de débit du mélange N ₂ /CO ₂ -4,98% (en mL/min)	Fraction volumique x _{H₂}	Fraction volumique x _{CO₂}	Fraction volumique x _{O₂}	Fraction volumique x _{N₂}
0,5% CO ₂	50,12	39,84	10,04	0,020	0,005	0,100	0,875
1% CO ₂	40,08		20,08		0,010	0,080	0,890
3% CO ₂	0,00		60,16		0,030	0,000	0,950

Tableau 4.22 : Fractions volumiques des constituants gazeux des mélanges air reconstitué / azote-hydrogène / azote-dioxyde de carbone réalisés à partir des régulateurs de débit massique, pour une teneur en hydrogène de 2%.

Etant donné que la masse volumique de l'air reconstitué diffère de moins de 0,008% par rapport à la masse volumique du mélange N₂/CO₂ en bouteille, l'ajout d'un mélange N₂/CO₂ au mélange Air/H₂ entraîne une variation négligeable de la masse volumique du mélange final. Nous pouvons anticiper ce phénomène en observant les variations des fractions volumiques dans le tableau 4.22 : plus la teneur en dioxyde de carbone augmente dans le mélange, plus la fraction volumique de l'azote augmente et plus la fraction volumique de l'oxygène diminue. L'écart relatif entre la masse volumique du mélange Air/H₂-2% et celle du mélange Air-H₂-2% /CO₂-3% est alors inférieure à 0,01% (voir tableau 4.23). Pour cet exemple, cette variation de masse volumique entraîne une variation de fréquence propre théorique de 2 mHz (voir tableau 4.24).

Cette section présente alors un essai de mélange ternaire, avec une base air reconstitué-hydrogène à 2% et l'ajout de trois paliers de dioxyde de carbone à 0,5%, 1% et 3%. Les résultats de quatre mélanges binaires seront également regroupés dans un tableau d'exploitation et dans un même graphe (N₂/H₂, N₂/CO₂, Air-H₂, Air-CO₂) afin de mettre en évidence la variation négligeable de la fréquence propre de la micropoutre lorsque elle est soumise à un mélange **généré par le réseau gaz**, contenant de l'air reconstitué et du dioxyde de carbone.

Micropoutre Bulbizarre

- Conditions

Conditions ambiantes initiales		T= 22,8°C ; Hum. : 0,4%HR
Variations des conditions durant acquisition		ΔT < 0,1°C ; ΔHR < 4%HR
Masse volumique ρ _f du mélange gazeux	AIR+ H ₂ -2%	ρ _{f1} = 1,151850 kg/m ³
	Air + H ₂ -2% + CO ₂ -0,5%	ρ _{f2} = 1,151852 kg/m ³
	Air + H ₂ -2% + CO ₂ -1%	ρ _{f3} = 1,151851 kg/m ³
	Air + H ₂ -2% + CO ₂ -3%	ρ _{f4} = 1,151921 kg/m ³
Fréquence propre expérimentale f ₀		5370,796 Hz Span : 5Hz

Tableau 4.23 : Micropoutre Bulbizarre – Conditions des essais en environnement gazeux air reconstitué-hydrogène /dioxyde de carbone.

- Exploitation

	Cycles (acquisition 30 minutes)		
	Air + H ₂ -2%+ CO ₂ -0,5%	Air + H ₂ -2%+ CO ₂ -1%	Air + H ₂ -2%+ CO ₂ -3%
$d\rho_f / \rho_f$ (%)	$1,73.10^{-4}$	$1,08.10^{-4}$	$6,19.10^{-3}$
df_0 theo. (Hz)	$-5,45.10^{-5}$	$-3,39.10^{-5}$	$-1,95.10^{-3}$
df_0 exp. (Hz)	0,050	0,044	0,058 ^(*)
df_0 / f_0	$-1,01.10^{-8}$	$-6,31.10^{-9}$	$-3,63.10^{-7}$
$S\rho_f$ (Hz.kg ⁻¹ .m ³)	-27,34		

Tableau 4.24 : Résultats de l'essai pour la micropoutre Bulbizarre en environnement gazeux air reconstitué-hydrogène /dioxyde de carbone.

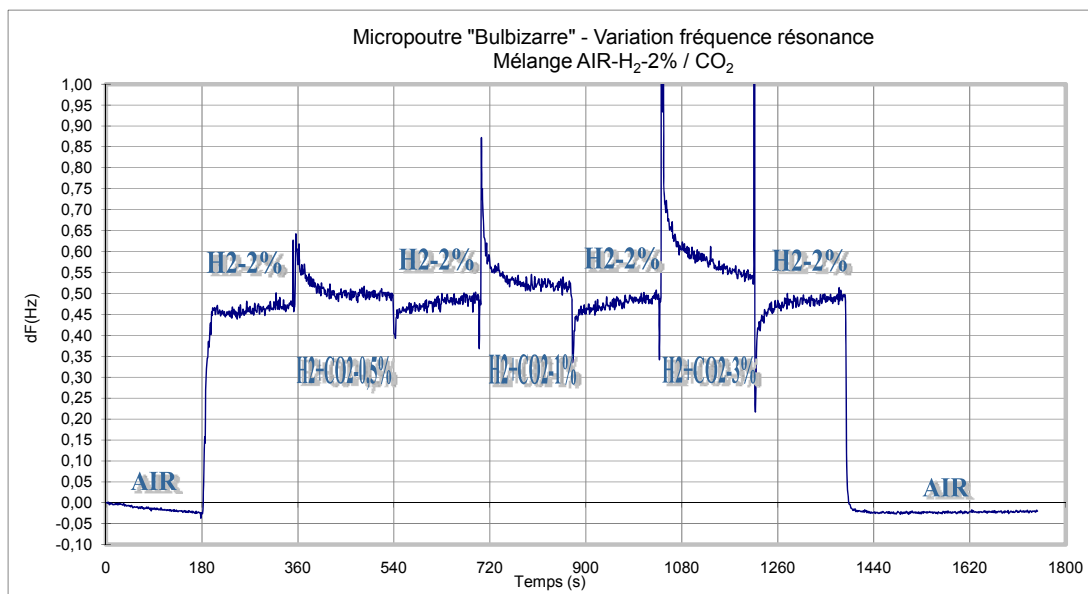


Figure 4.29 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Bulbizarre dans un mélange air reconstitué- hydrogène / dioxyde de carbone sur une acquisition de 30 minutes.

- Effet Air/CO₂ sur la réponse de la micropoutre – Comparaison de mélanges binaires.

	Cycles (acquisition 30 minutes)							
	N ₂ + H ₂ -2%	N ₂ + H ₂ -1%	N ₂ + CO ₂ -2%	N ₂ + CO ₂ -1%	Air + H ₂ -2%	Air + H ₂ -1%	Air + CO ₂ -2%	Air + CO ₂ -1%
$d\rho_f / \rho_f$ (%)	-1,856	-0,928	1,142	0,571	-2,907	-1,453	-0,001	0,001
df_0 theo. (Hz)	0,570	0,288	-0,362	-0,180	0,904	0,459	0,0002	-0,0002
df_0 exp. (Hz)	0,276	0,141	-0,220	-0,131	0,378	0,182	0,015	0,018
Ecart relatif	-51,6%	-51,0%	-39,2%	-27,7%	-58,2%	-60,8%	-	-

Tableau 4.25 : Résultats de l'essai de comparaison de mélanges binaires.

(*) : Cette valeur correspond à la différence entre la valeur minimale du palier « Air-H₂-2%/CO₂-3% » et la valeur maximale du palier Air-H₂-2%.

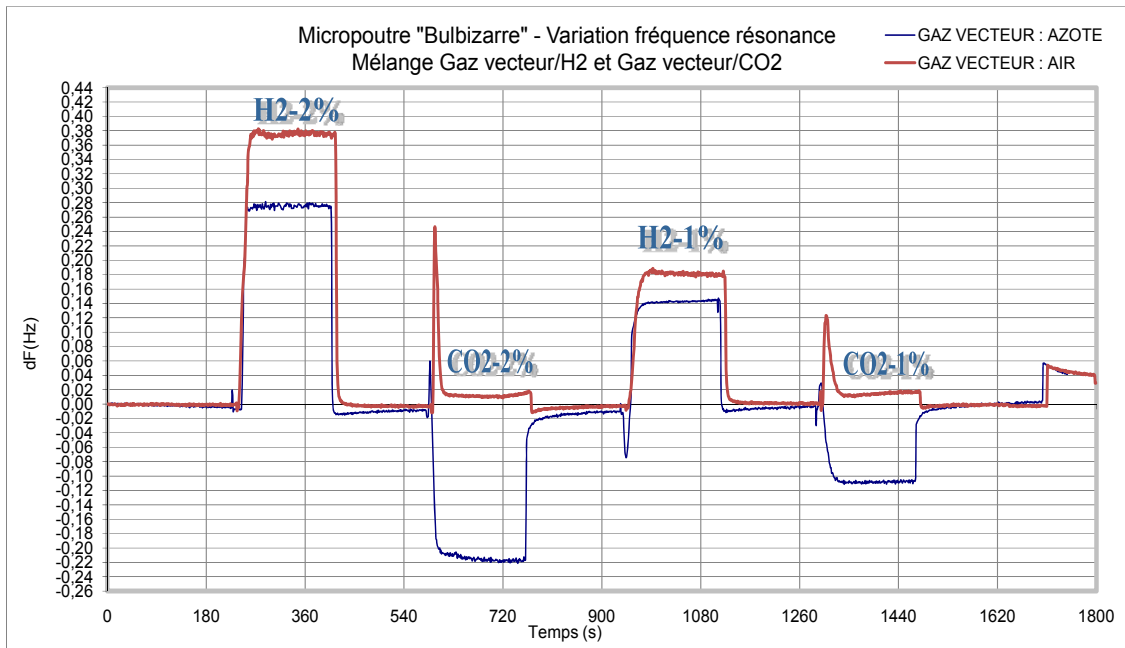


Figure 4.30 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Bulbizarre dans des mélanges binaires azote et air reconstitué / hydrogène, puis azote et air reconstitué / dioxyde de carbone.

Lors de l'utilisation de l'air reconstitué en tant que gaz vecteur, on constate à partir des deux graphes que l'ajout de dioxyde de carbone, dans un mélange binaire ou ternaire et pour une teneur quelconque, engendre le même type de réponse pour la micropoutre : une augmentation brutale de la fréquence propre, sous forme de pic dont l'amplitude semble dépendre de la teneur en dioxyde de carbone, suivie d'une exponentielle décroissante qui se stabilise pour une fréquence propre légèrement supérieure à la base. Le modèle théorique annonce une variation quasi nulle de la fréquence propre de la micropoutre ; les essais montrent des variations de 61 mHz dans le cas des mélanges ternaires et 18 mHz dans le cas des mélanges binaires, qui peuvent être dues à l'influence des fluctuations de débit dans la cellule de mesure, de la viscosité du dioxyde de carbone et/ou de l'approximation du modèle théorique utilisé.

Jusqu'à présent, des essais à des teneurs de mélange identiques ont été effectués avec un débit total de mélange fixé à 50 mL/min puis à 150 mL/min, sans montrer de différences notables sur les variations de fréquence propre observées pour chaque palier correspondant à un mélange contenant de l'air reconstitué et du dioxyde de carbone.

Dans le cas des mélanges ternaires, on remarque sur le graphique 4.29 une diminution progressive de la variation de fréquence propre lors d'un palier réalisé avec une teneur en dioxyde de carbone de 3%. Ce phénomène est également observable sur un essai réalisé avec la micropoutre *Nidorino* avec une teneur en dioxyde de carbone identique dans le mélange et des temps de paliers plus importants : la fréquence propre se stabilise alors après une durée de cinq minutes de génération du mélange.

IV-4-7 Mélange azote-hydrogène et vapeur d'eau

Dans le cadre des essais de génération de mélanges avec vapeur d'eau, la cellule de mesure contenant la micropoutre *Bulbizarre* est soumise à un mélange d'azote et d'hydrogène à un débit de 100 mL/min, humidifié par un mélange d'azote sec et de vapeur d'eau provenant du calibrateur, à un débit de 100 mL/min (+/-10%). A partir du moment où les mesures de température et d'hygrométrie indiquées par le thermo-hygromètre en sortie de la cellule de mesure sont stables, l'acquisition peut être lancée. Deux essais ont été réalisés :

- le premier essai est réalisé avec une température de 20,6°C et une humidité relative de 50,5%HR.
- le deuxième essai est réalisé à la même température et une humidité relative de 71,7%HR.

Pour ces deux essais, il faut mentionner que les consignes de concentrations massiques en hydrogène (initialement 2%, 1%, 0,6% et 0,2%) n'ont pas été modifiées sous *LabVIEW*, alors que le débit total du mélange de gaz secs et d'air humide n'est plus de 100 mL/min, mais avoisine 200 mL/min. Cette erreur engendre des teneurs réelles en hydrogène dans le mélange final inférieures aux teneurs souhaitées. Pour la présentation de ces essais, nous prendrons alors une approximation sur les teneurs d'hydrogène réalisées : soit 1%, 0,5%, 0,3% et 0,1%.

Le calcul des masses volumiques des mélanges réalisés ont été effectués à l'aide de l'expression de la masse volumique d'azote humide (Eq.4.44) en fonction de l'humidité absolue générée (Eq.4.41). Dans ces calculs, on supposera les débits d'azote humide (issu du calibrateur) et de mélange azote/hydrogène (issu des régulateurs de débit) identiques et mesurés aux mêmes conditions de température et de pression.

- Conditions

Conditions ambiantes initiales		Essai 1 : T=20,6°C ; Hum. : 50,5%HR, Ha1=9,04 g/m ³
		Essai 2 : T=20,6°C ; Hum. : 71,7%HR Ha2 = 12,84 g/m ³
Variations des conditions durant acquisition		$\Delta T < 0,2^\circ\text{C}$; $\Delta \text{HR} < 2\% \text{HR}$
Masse volumique ρ_f du mélange gazeux	N ₂ + vapeur d'eau + H ₂ .1%	$\rho_{f50\%HR} = 1,149 \text{ kg/m}^3$; $\rho_{f70\%HR} = 1,148 \text{ kg/m}^3$
	N ₂ + vapeur d'eau + H ₂ .0,5%	$\rho_{f50\%HR} = 1,154 \text{ kg/m}^3$; $\rho_{f70\%HR} = 1,153 \text{ kg/m}^3$
	N ₂ + vapeur d'eau + H ₂ .0,2%	$\rho_{f50\%HR} = 1,156 \text{ kg/m}^3$; $\rho_{f70\%HR} = 1,155 \text{ kg/m}^3$
	N ₂ + vapeur d'eau + H ₂ .0,1%	$\rho_{f50\%HR} = 1,159 \text{ kg/m}^3$; $\rho_{f70\%HR} = 1,158 \text{ kg/m}^3$
Fréquence propre		5370,796 Hz

Tableau 4.26 : Micropoutre Bulbizarre – Conditions des essais en environnement gazeux azote-hydrogène et vapeur d'eau.

- Exploitation

	Cycles (acquisition 30 minutes)			
	N ₂ + H ₂ .1%	N ₂ + H ₂ .0,5%	N ₂ + H ₂ .0,3%	N ₂ + H ₂ .0,1%
$d\rho_f / \rho_f$ (%) essai 1 et 2	-0,928	-0,464	-0,278	-0,093
df_0 theo. (Hz) essai 1 et 2	0,291	0,146	0,088	0,029
df_0 exp. essai 1 (Hz) (50,5%HR)	0,158	0,085	0,052	0,018
df_0 exp. essai 2 (Hz) (71,7%HR)	0,143	0,050	0,030	0,010
Ecart relatif essai 1	-45,8%	-42,0%	-41,1%	-38,1%
Ecart relatif essai 2	-50,9%	-65,8%	-65,9%	-65,9%
df_0 / f_0 essai 1 et 2	$5,43 \cdot 10^{-5}$	$2,73 \cdot 10^{-5}$	$1,64 \cdot 10^{-5}$	$5,47 \cdot 10^{-5}$
$\overline{S\rho_f}$ (Hz.kg ⁻¹ .m ³)	-27,08	-27,21	-27,26	-27,31

Tableau 4.27: Résultats des essais pour la micropoutre Bulbizarre en environnement gazeux azote-hydrogène et vapeur d'eau.

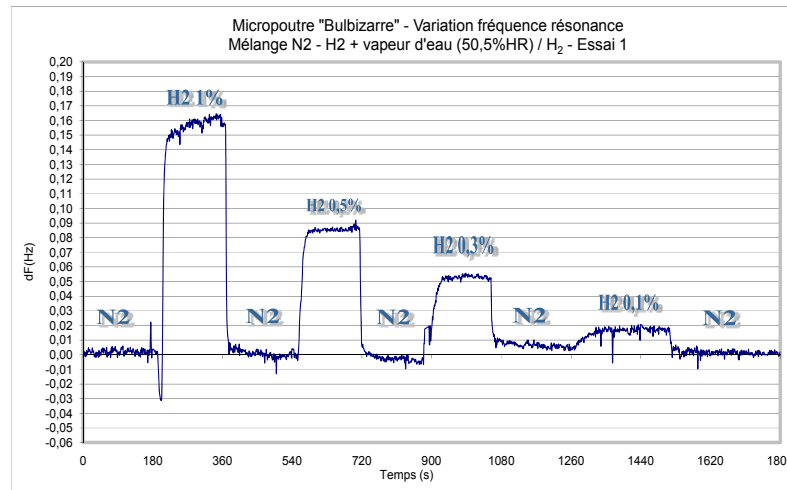


Figure 4.31 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Bulbizarre dans un mélange azote-hydrogène et vapeur d'eau à 50,5%HR sur une acquisition de 30 minutes.

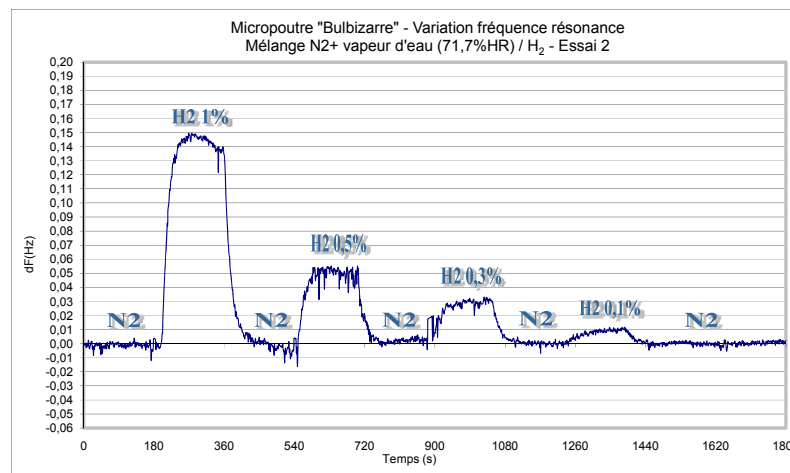


Figure 4.32 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Bulbizarre dans un mélange azote-hydrogène et vapeur d'eau à 71,7%HR sur une acquisition de 30 minutes.

Les variations de masse volumique entre le mélange de gaz sec/vapeur d'eau à 50%HR et le même mélange avec une humidité relative à 70%HR sont négligeables. Les variations théoriques de fréquence propre pour les deux essais sont donc sensiblement les mêmes.

L'ajout d'un air humide avec une teneur en vapeur d'eau d'environ 50%HR à 20°C ne semble pas avoir d'influence significative sur le comportement de la micropoutre en détection. Par contre, l'ajout d'un air humide avec une teneur en vapeur d'eau d'environ 70%HR à 20°C entraîne une diminution de la sensibilité de la micropoutre en détection.

Il faut rappeler que les résultats mentionnés dans cet essai sont basés à partir d'estimations de concentrations massiques générées dans un mélange contenant de la vapeur d'eau, sans avoir effectué au préalable une analyse détaillée des incertitudes liées à ce type de mesure.

IV-4-8 Mélange azote-hydrogène et air-hydrogène - Essais en limite de détection

La plupart des essais effectués jusqu'à présent avec les gaz vecteurs, l'hydrogène et le dioxyde de carbone ont été réalisés avec des teneurs molaires minimales en gaz interférents de l'ordre de 0,2%, afin de répondre aux exigences du projet de l'ANDRA. Cette section présente maintenant des essais réalisés en limite de détection avec des teneurs en hydrogène dans de l'azote et dans de l'air

reconstitué plus faibles que les précédentes : soit 2000ppm, 1000ppm, 500ppm et 200ppm d'hydrogène dans l'azote.

Micropoutre Bulbizarre

- Conditions

Conditions ambiantes initiales		Essai N ₂ /H ₂	Essai Air/H ₂
		T=26,4°C ; Hum. : 0%HR	T=24,3°C ; Hum. : 0,5%HR
Variations des conditions durant acquisition		ΔT < 0,2°C ; ΔHR < 1%HR	ΔT < 0,1°C ; ΔHR < 1,5%HR
Masse volumique ρ_f du mélange gazeux	Gaz vecteur + H ₂ -0,2%	$\rho_{f1} = 1,1376 \text{ kg/m}^3$	$\rho_{f5} = 1,1769 \text{ kg/m}^3$
	Gaz vecteur + H ₂ -0,1%	$\rho_{f2} = 1,1386 \text{ kg/m}^3$	$\rho_{f6} = 1,1786 \text{ kg/m}^3$
	Gaz vecteur + H ₂ -0,05%	$\rho_{f3} = 1,1391 \text{ kg/m}^3$	$\rho_{f7} = 1,1795 \text{ kg/m}^3$
	Gaz vecteur + H ₂ -0,02%	$\rho_{f4} = 1,1395 \text{ kg/m}^3$	$\rho_{f8} = 1,1800 \text{ kg/m}^3$
Fréquence propre expérimentale f_0		5370,796 Hz	

Tableau 4.28 : Micropoutre Bulbizarre – Conditions des essais en environnement gazeux azote-hydrogène et air reconstitué-hydrogène – Essais en limite de détection.

- Exploitation

	Cycles (acquisition 30 minutes)			
	Gaz vecteur + H ₂ -0,2%	Gaz vecteur + H ₂ -0,1%	Gaz vecteur + H ₂ -0,05%	Gaz vecteur + H ₂ -0,02%
$d\rho_f / \rho_f$ (%) essai N ₂ /H ₂	-0,1856	-0,0928	-0,0464	-0,0186
$d\rho_f / \rho_f$ (%) essai Air/H ₂	-0,2907	-0,1454	-0,0727	-0,0291
df_0 theo. (Hz) essai N ₂ /H ₂	0,058	0,029	0,014	0,006
df_0 exp. (Hz) essai N ₂ /H ₂	0,028	0,015	0,008	0,003
df_0 theo. (Hz) essai Air/H ₂	0,094	0,047	0,023	0,009
df_0 exp. (Hz) essai Air/H ₂	0,044	0,022	0,010	0,004
Ecart relatif essai N ₂ /H ₂	-51,5%	-49,1%	-43,3%	-56,8%
Ecart relatif essai Air/H ₂	-52,9%	-53,0%	-57,3%	-62,7%
df_0 / f_0 essai N ₂ /H ₂	$1,07 \cdot 10^{-5}$	$5,38 \cdot 10^{-6}$	$2,69 \cdot 10^{-6}$	$1,08 \cdot 10^{-6}$
df_0 / f_0 essai Air/H ₂	$1,74 \cdot 10^{-5}$	$8,72 \cdot 10^{-6}$	$4,36 \cdot 10^{-6}$	$1,75 \cdot 10^{-6}$
$S\rho_f$ (Hz.kg ⁻¹ .m ³) essai N ₂ /H ₂	-27,29	-27,32	-27,33	-27,34
$S\rho_f$ (Hz.kg ⁻¹ .m ³) essai Air/H ₂	-27,25	-27,29	-27,31	-27,32

Tableau 4.28 : Résultats de l'essai en limite de détection pour la micropoutre Bulbizarre en environnement gazeux azote –hydrogène et vapeur d'eau.

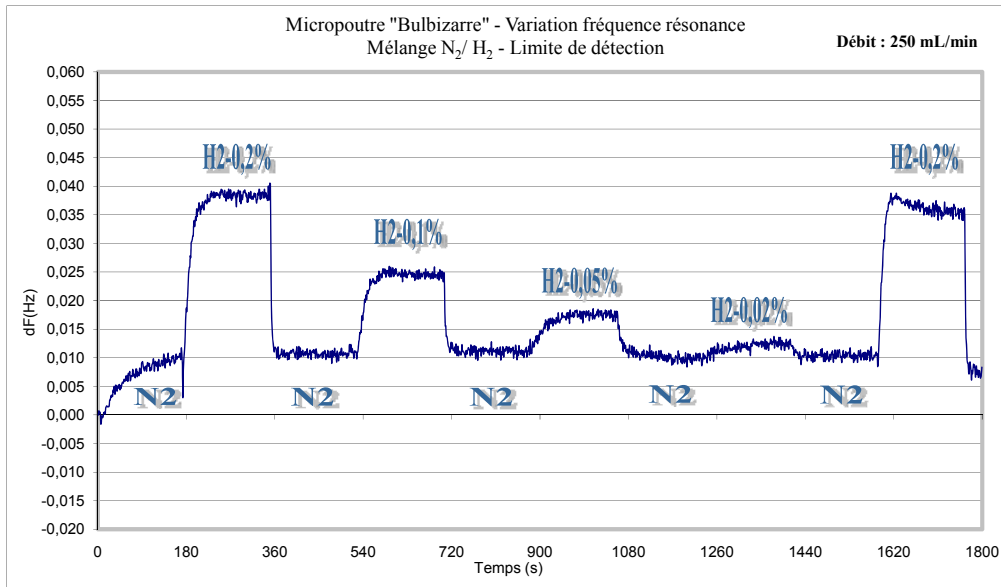


Figure 4.33 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Bulbizarre dans un mélange azote-hydrogène sur une acquisition de 30 minutes – Essais en limite de détection – débit : 250 mL/min.

Pour cet essai relatif à un mélange azote/hydrogène, un balayage à l'azote sous un débit de 500 mL/min a été effectué en pré-acquisition pendant 20 minutes. A $t = 0$, le débit total en sortie du réseau gaz passe à 250 mL/min (cette valeur correspondant au débit total minimum nécessaire à la génération d'une concentration d'hydrogène à 0,02%). Cette variation brutale de débit, visible sur le premier palier du graphe (de $t = 0$ à $t = 180$ s), explique la variation de fréquence propre au niveau de la ligne de base (10 mHz).

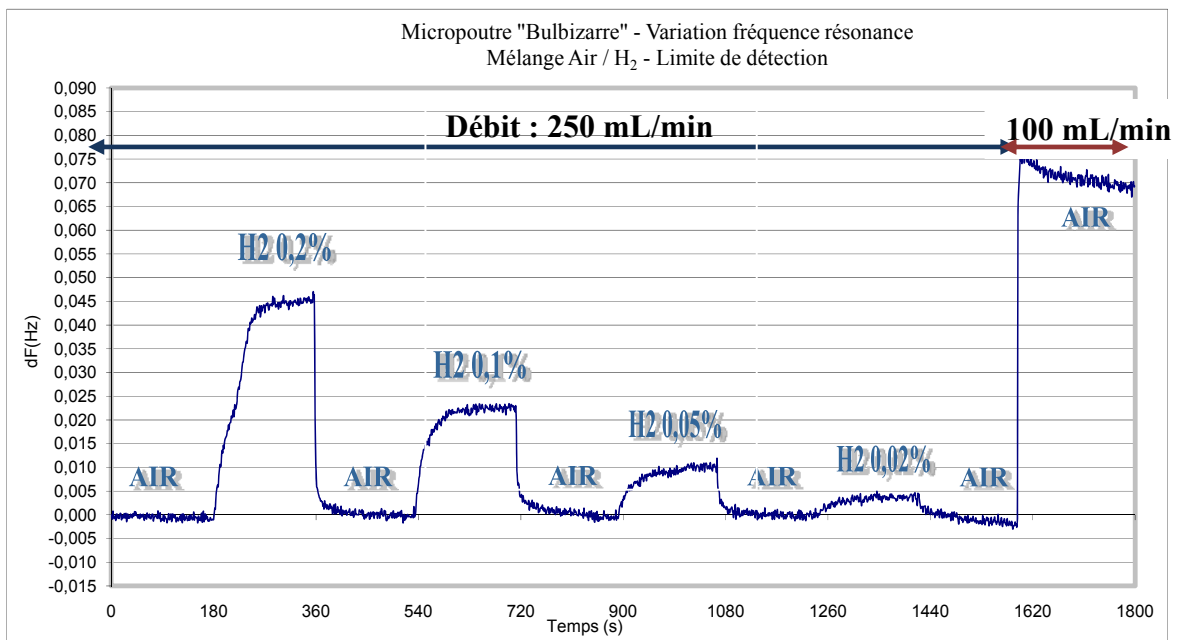


Figure 4.34 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Bulbizarre dans un mélange air reconstitué-hydrogène sur une acquisition de 30 minutes – Essais en limite de détection- Débit : 250 mL/min.

Pour cet essai relatif à un mélange air reconstitué/hydrogène, un balayage à l'air reconstitué sous un débit de 250 mL/min a été effectué en pré-acquisition pendant 20 minutes. Le dernier palier (de $t = 1620$ à 1800 s) montre une variation de fréquence de résonance de 70 mHz pour une variation de débit de 150 mL/min de gaz vecteur.

On observe à partir des résultats précédents qu'une concentration d'hydrogène à 200ppm dans de l'azote ou de l'air reconstitué est détectable directement sur le graphe de variation de fréquence propre, sans traitement particulier. Les écarts entre le modèle théorique et les mesures correspondent aux résultats précédents.

Il est intéressant de constater, notamment avec le graphe de la figure 4.34, que la variation de fréquence propre réagit instantanément lors d'un changement de débit de 250 mL/min à 100mL/min. Des essais ont alors été effectués avec cette micropoutre en observant les variations de fréquence propre en fonction des variations de débit d'un gaz vecteur seul, de 10 à 150 mL/min. On observe bien les paliers correspondants aux changements de débits, mais avec une variation maximale de fréquence propre de l'ordre de 15 mHz pour une variation de débit de 50 mL/min.

La limite expérimentale de la génération d'une concentration d'un gaz interférent dans un gaz vecteur est d'environ 50ppm avec le réseau gaz. Nous avons vu, dans le chapitre I, une expression de la limite de détection en fonction du bruit de mesure et de la sensibilité de la micropoutre (voir Eq.1.16). Le bruit de mesure est évalué en calculant l'écart-type de variation de fréquence propre sur des points de mesure consécutifs d'un palier lors d'une acquisition.

Pour chaque micropoutre, nous pouvons estimer la limite de détection théorique de variations de masse volumique LOD_{ρ_f} (en mg/m^3) en utilisant l'équation pré-citée et nous pouvons convertir cette valeur en limite de détection de concentration de gaz interférent LOD_C (en mg/m^3), selon l'équation 4.57.

$$LOD_C = \frac{M_n LOD_{\rho_f}}{V_m (\rho_n - \rho_A)} \cdot 10^3 \quad (\text{Eq.4.57})$$

avec M_n la masse molaire du gaz interférent (kg.mol^{-1}), V_m le volume molaire, dans les conditions standards de température et de pression (en $\text{m}^3.\text{mol}^{-1}$), $(\rho_n - \rho_A)$ la différence de masse volumique entre le gaz interférent et le gaz vecteur à 15°C (en kg/m^3).

Le tableau 4.29 indique les limites de détection théoriques de l'hydrogène pour les trois micropoutres testées, avec un bruit de mesure évalué lors d'un palier de 0,2% d'hydrogène dans de l'azote, puis dans de l'air reconstitué.

	<i>Bulbizarre</i>		<i>Sabelette</i>		<i>Nidorino</i>	
	AZOTE	AIR	AZOTE	AIR	AZOTE	AIR
Ecart-type palier 0,2% H_2	$1,7 \cdot 10^{-3}$	$1,5 \cdot 10^{-3}$	$8,2 \cdot 10^{-4}$	$6,7 \cdot 10^{-4}$	$9,4 \cdot 10^{-4}$	$1,5 \cdot 10^{-3}$
Sensibilité $ S\rho_f $	27,29	27,25	2,01	2,01	7,51	7,50
$ LOD_{\rho_f} $ (mg/m^3)	186,9	165,1	1223,9	1000,0	375,5	600,0
LOD_C (mg/m^3)	14,5	12,4	94,9	75,2	29,1	45,1
LOD_C (ppm)	170,0	145,7	1113,1	882,5	341,5	529,5

Tableau 4.29 : Limites de détection théorique en hydrogène pour les micropoutres Bulbizarre, Sabelette et Nidorino.

Pour la micropoutre *Bulbizarre*, le modèle donne une estimation de la limite de détection théorique de l'hydrogène de 170 ppm dans l'azote et de 146 ppm dans l'air reconstitué.

Lors des deux essais en limite de détection, nous repérons facilement sur le graphe une concentration de 200 ppm d'hydrogène. Des essais à des concentrations d'hydrogène inférieures à 200ppm dans de l'azote et de l'air reconstitué sont actuellement en cours de réalisation.

IV-5 Synthèse et comparaison des détections

Les micropoutres testées montrent un comportement quasi-linéaire pour des concentrations d'hydrogène variant de 0,2% à 2%.

Conformément au modèle théorique, la variation de fréquence propre de la micropoutre en présence d'hydrogène est plus importante dans l'air reconstitué que dans l'azote. Ce phénomène est amplifié par le fait que la bouteille contenant de l'hydrogène à 5% est un mélange azote/hydrogène et non un mélange air/hydrogène. Ainsi, lors d'une dilution d'hydrogène dans de l'air reconstitué, la proportion azote/oxygène est modifiée et le mélange gazeux s'allège non seulement avec l'ajout d'hydrogène mais également avec une proportion d'azote dans le mélange plus importante que dans l'air reconstitué.

Les mesures effectuées auparavant avec des mélanges azote/hélium et azote/dioxyde de carbone montraient que la sensibilité vis-à-vis de la masse volumique du mélange gazeux était accrue pour les rapports largeur sur épaisseur ($f_0 b/h$) importants [28].

On peut établir la même remarque avec un mélange gazeux hydrogéné. La figure 4.35, qui rassemble les mesures des sections précédentes, permet de constater une augmentation de la sensibilité des micropoutres avec le produit entre la fréquence propre f_0 et le rapport largeur sur épaisseur b/h . Ainsi, la micropoutre la plus sensible est *Bulbizarre* et la moins sensible est *Sabelette*.

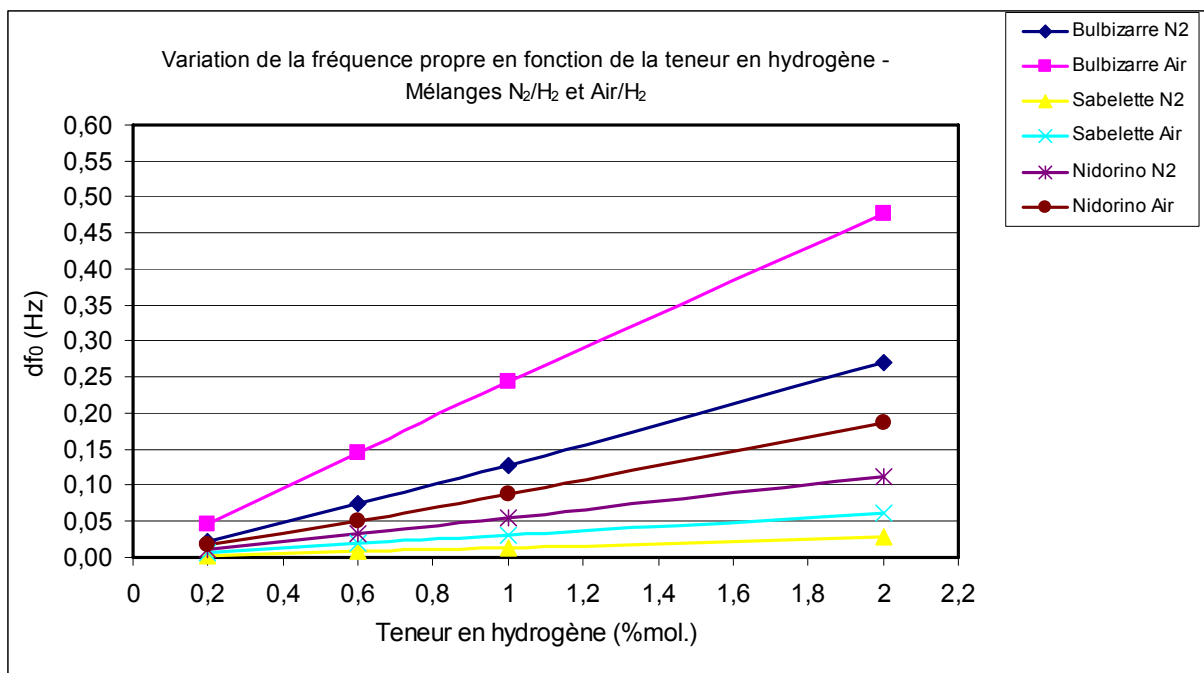


Figure 4.35 : Variation de la fréquence propre des micropoutres dans un mélange gaz vecteur-hydrogène en fonction de la teneur en hydrogène.

Remarque : les variations expérimentales de fréquence propre correspondent pour chaque teneur en hydrogène à la moyenne des valeurs de fréquences propres obtenues lors des différents essais présentés précédemment.

Concernant les écarts relatifs entre le modèle théorique et les mesures, les figures 4.36, 4.37 et 4.38 résument les variations théoriques et expérimentales de la fréquence propre de chacune des micropoutres testées, dans un mélange gaz vecteur-hydrogène en fonction de la teneur en hydrogène.

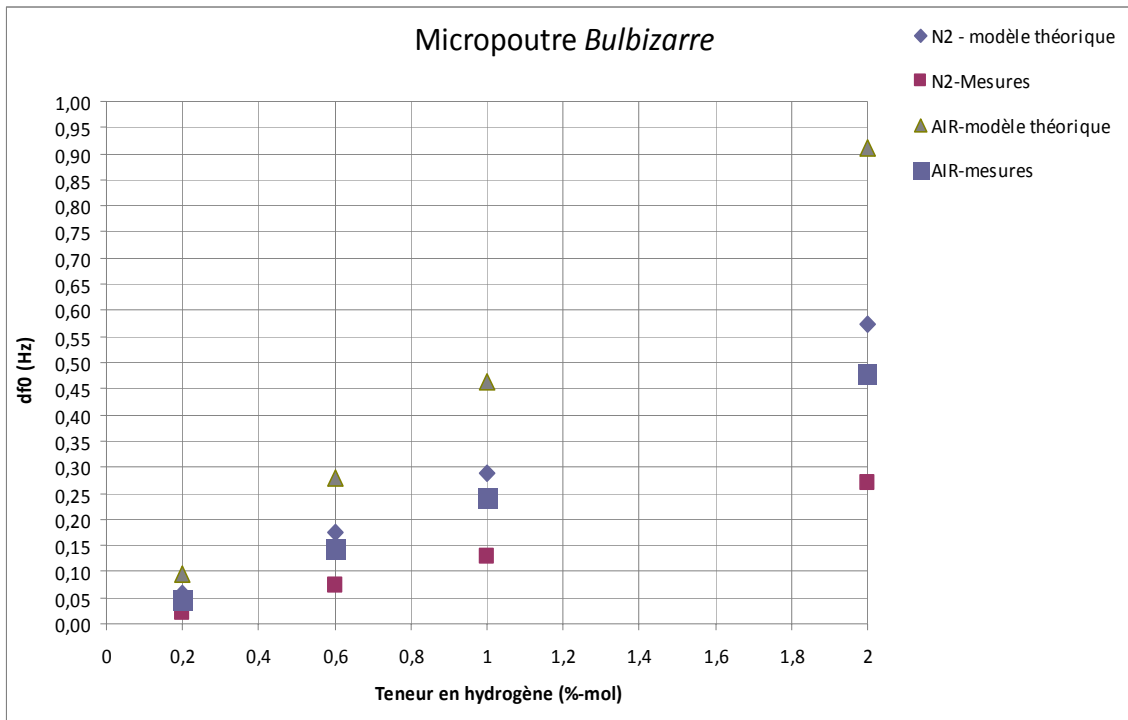


Figure 4.36: Variation théorique et expérimentale de la fréquence propre de la micropoutre Bulbizarre dans un mélange gaz vecteur-hydrogène en fonction de la teneur en hydrogène.

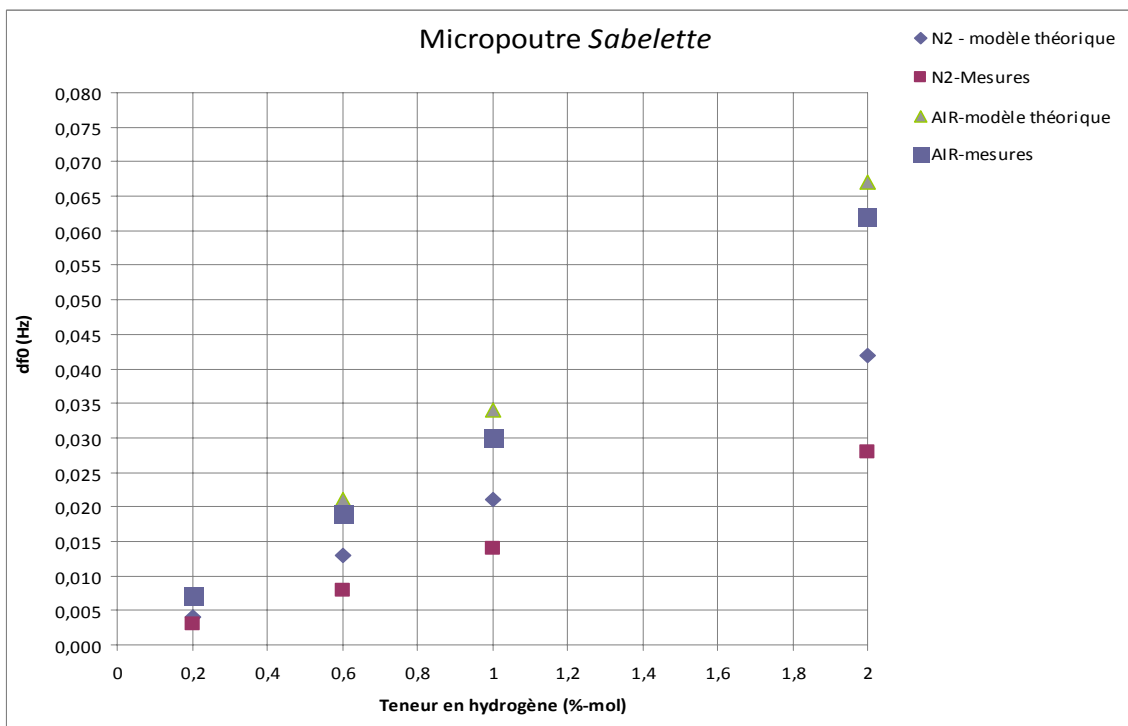


Figure 4.37: Variation théorique et expérimentale de la fréquence propre de la micropoutre Sabelette dans un mélange gaz vecteur-hydrogène en fonction de la teneur en hydrogène.

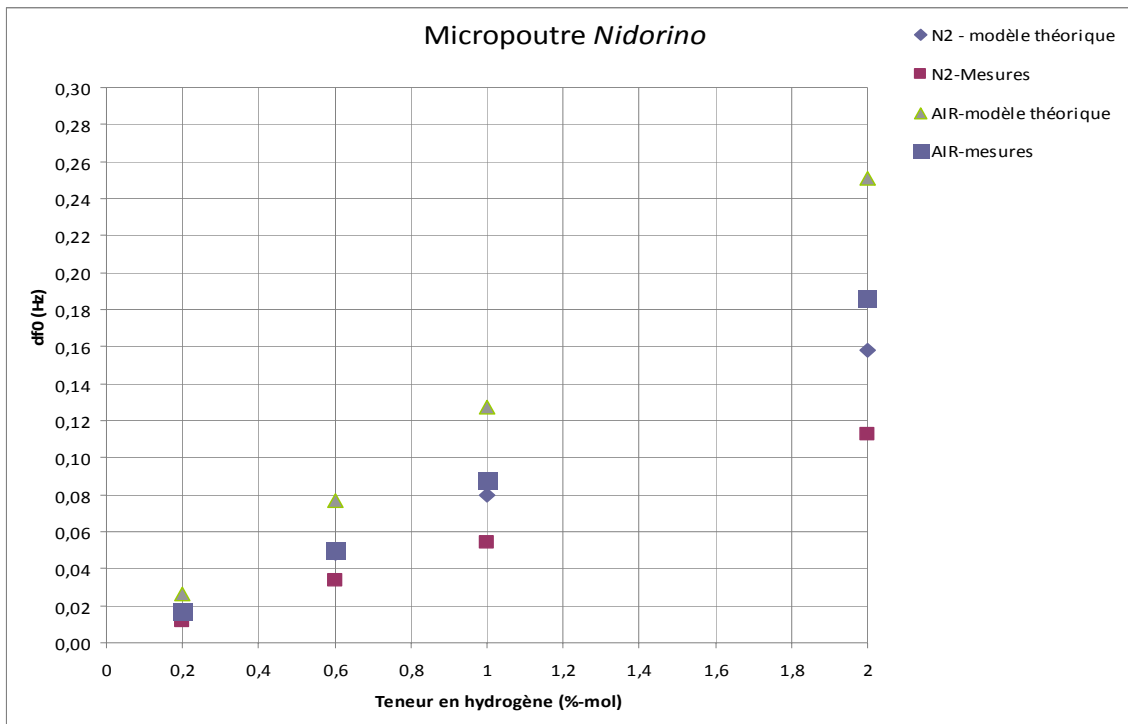


Figure 4.38 : Variation théorique et expérimentale de la fréquence propre de la micropoutre Nidorino dans un mélange gaz vecteur-hydrogène en fonction de la teneur en hydrogène.

On observe que les valeurs expérimentales obtenues sont toutes inférieures aux valeurs calculées par le modèle théorique, avec un écart maximal inférieur à 500 mHz observé avec la micropoutre *Bulbizarre* pour une teneur d'hydrogène à 2% dans de l'air reconstitué.

Le gaz vecteur dans le mélange hydrogéné ne semble pas avoir d'influence particulière sur le comportement de la micropoutre en détection : les écarts relatifs entre le modèle théorique et les mesures sont très proches pour les essais réalisés avec de l'azote et ceux réalisés avec de l'air reconstitué. Seule la micropoutre *Sabelette* fait exception à ce constat avec une très bonne concordance mesure-théorie lors de l'utilisation de l'air reconstitué et un écart plus important lors de l'utilisation de l'azote. Mais les essais réalisés avec cette micropoutre (ou d'autres micropoutres présentant une faible sensibilité) ne sont pas assez nombreux pour interpréter cette exception.

Comme pour l'hydrogène, la micropoutre *Bulbizarre* montre un comportement quasi-linéaire lorsqu'elle est soumise à des concentrations de dioxyde de carbone variant de 0,2% à 2% dans des mélanges binaires ou ternaires utilisant l'azote comme gaz vecteur.

Les essais présentés dans la section relative aux mélanges ternaires avec l'azote faisaient état d'une base azote / hydrogène à teneur fixe en hydrogène et des paliers azote-hydrogène / dioxyde de carbone à différentes teneurs en dioxyde de carbone. Les allures des courbes obtenues sont conformes aux attentes, avec des écarts relatifs mesure-théorie légèrement supérieurs à ceux obtenus avec des mélanges binaires.

La détection d'hydrogène dans une base azote-dioxyde de carbone a également été effectuée lors de deux essais avec la micropoutre *Bulbizarre*. La figure 4.39 présente ainsi les variations de fréquence propre de cette micropoutre avec une base azote / dioxyde de carbone à 1% puis 3% et des paliers azote-dioxyde de carbone / hydrogène à différentes teneurs en hydrogène : 0,6%, 1% et 2%.

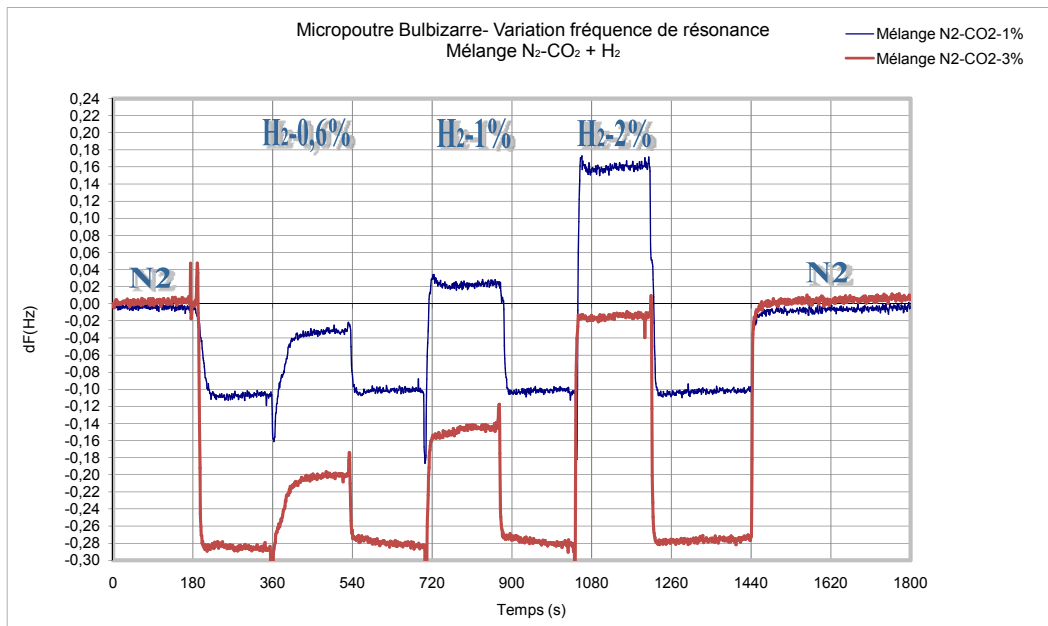


Figure 4.39 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Bulbizarre dans un mélange azote-dioxyde de carbone / hydrogène sur une acquisition de 30 minutes.

Pour ces deux essais, on retrouve bien les allures de courbe attendues : la fréquence propre de la micropoutre diminue lors de l'ajout d'une concentration fixée de dioxyde de carbone. Ensuite, l'ajout d'hydrogène entraîne une augmentation de la fréquence propre dont la valeur est fonction de la concentration en hydrogène générée. L'écart relatif moyen entre le modèle théorique et les mesures est de l'ordre de 50%.

Les résultats des essais relatifs à la détection d'hydrogène avec la micropoutre Bulbizarre en présence de dioxyde de carbone et de vapeur d'eau sont rassemblés sur la figure 4.40.

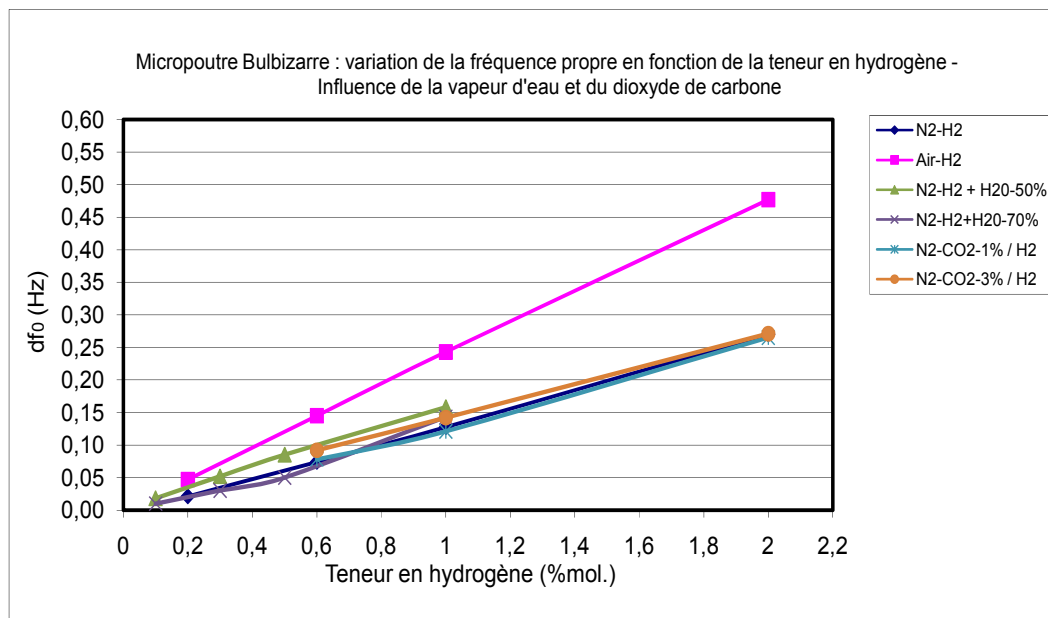


Figure 4.40: Variation de la fréquence propre de la micropoutre Bulbizarre dans des mélanges hydrogénés en présence de dioxyde de carbone ou de vapeur d'eau.

Cette figure permet de constater que la sensibilité de la micropoutre est peu modifiée par la présence de vapeur d'eau ou de dioxyde de carbone dans des mélanges hydrogénés.

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

Un des objectifs principaux de ce mémoire consistait en la réalisation d'un nouveau réseau gaz pilotable permettant, par une méthode de dilution avec de l'azote ou de l'air reconstitué, la génération de concentrations variables de quatre gaz (hélium, méthane, dioxyde de carbone et hydrogène), en contrôlant le débit total du mélange en sortie.

La conception et les étapes de réalisation de ce réseau, intégrant les exigences du cahier des charges et les conditions dans lesquelles s'effectuent les mesurages, m'ont amené à effectuer une étude détaillée de l'instrumentation adaptée aux futures applications du réseau, avec le souci d'obtenir des pistes concrètes de progrès en matière de sécurité et d'optimisation des fluides. En comparant avec l'ancien réseau gaz, un gain de place conséquent a été apporté par l'installation d'une panoplie aluminium sur laquelle repose tous les éléments principaux du réseau, ce qui permet de développer sereinement plusieurs applications en parallèle. Un nouveau circuit de distribution en tube inox de 6mm de diamètre extérieur a été réalisé à l'aide de raccords union et double bague à sertir, de telle manière à pouvoir remplacer facilement n'importe quel organe du réseau sans en perturber son fonctionnement.

Le réseau gaz intègre alors des appareils neufs dont les performances et les caractéristiques de fonctionnement ont été analysées et testées : régulateurs de débit massique en liaison numérique, convertisseur RS485/RS232, détendeurs de canalisation, clapets anti-retour, thermo-hygromètres, circuit d'interfaçage. Les éléments existants de l'ancien réseau (vannes et électrovannes) ont quant à eux été triés et contrôlés en étanchéité afin de choisir les pièces les plus fiables. Tous les appareils ont ainsi été testés et leur utilisation à ce jour n'a montré aucun dysfonctionnement particulier.

Afin de garantir le meilleur fonctionnement possible des différents organes du réseau, une gestion métrologique a été mise en place sous la forme d'un classeur rassemblant les fiches de vie de chacun des appareils. Les opérations de maintenance, le planning d'étalonnage, les certificats d'étalonnage ainsi que le suivi d'éventuelles dérives sont désormais renseignés et permettent d'organiser de façon pérenne la qualification et la validation des équipements du parc d'appareils de mesure.

Le réseau gaz a été testé sous différents débits et avec différentes teneurs de mélange. L'utilisation d'un analyseur de concentration, bien qu'ayant une date d'étalonnage dépassée, a pu valider le principe de dilution du réseau. La prochaine étape consistera à définir une périodicité d'étalonnage du réseau et à contrôler le débit de sortie à l'aide d'un débitmètre étalon et à effectuer un contrôle de concentrations générées pour tous les gaz et sur l'étendue de la teneur totale du mélange, à l'aide d'un analyseur de concentration étalonné. Il est important de définir rigoureusement une périodicité d'étalonnage du réseau en débit et en dilution afin de garantir la pérennité de son fonctionnement.

Une étude des incertitudes liées à la valeur de la concentration massique attendue dans un mélange de gaz a pu établir une incertitude relative sur la concentration massique de 3 à 7,5% pour des teneurs molaires de gaz interférents variant de 2% à 0,2% dans des mélanges gazeux binaires ou ternaires.

Le pilotage du réseau s'effectue désormais par l'intermédiaire d'un nouveau circuit d'interfaçage permettant le pilotage des électrovannes du réseau, ainsi qu'un programme développé sous *LabVIEW*, en intégrant le principe de dilution des gaz afin de générer des concentrations contrôlées d'un constituant gazeux dans un mélange, dépendantes du débit total du mélange.

Le programme conçu permet alors de définir la base d'un programme de pilotage sur une séquence d'acquisition : l'utilisateur rentre des consignes de concentrations massiques d'un ou plusieurs gaz interférents, un temps d'acquisition et un débit total de sortie. L'exécution du programme envoie alors des consignes de débit adaptées à chacun des régulateurs de débit massiques et permet d'obtenir la lecture des débits instantanés des régulateurs. Ce programme a été repris par des étudiants en Master afin de lui ajouter une fonctionnalité importante : la programmation et la

génération de plusieurs séquences enchaînées automatiquement les unes à la suite des autres. Ce nouveau programme est actuellement utilisable et permet également d'acquérir et exploiter les mesures de débit, volume, température et hygrométrie sous *Excel*.

Un avantage certain dans l'utilisation de *LabVIEW* réside alors dans le caractère évolutif du programme : de nouvelles fonctionnalités peuvent rapidement être intégrées en fonction du développement d'applications nouvelles. Les perspectives d'application du programme de pilotage concernent désormais les calculs de consommation moyenne mensuelle ou annuelle des gaz afin d'anticiper l'achat de nouvelles bouteilles et d'anticiper les ruptures d'approvisionnement, ainsi que l'inclusion du calcul des incertitudes liées à la valeur attendue de la concentration massique d'un constituant dans un mélange de gaz.

La réalisation du nouveau réseau gaz permet désormais de poursuivre l'étude et la caractérisation de micropoutres sans couche sensible en détection gazeuse.

A ce titre, nous avons exploité les modèles théoriques existants afin de déterminer les variations de masse volumique d'un mélange de gaz binaire et ternaire à partir du suivi des variations de fréquence propre de la micropoutre.

Dans le cadre du projet de l'ANDRA, les caractérisations ont essentiellement porté sur la détection d'hydrogène dans des mélanges binaires constitués d'un gaz vecteur (azote ou air reconstitué) et dans des mélanges ternaires constitués en plus de dioxyde de carbone ou de vapeur d'eau.

Ces détections ont été réalisées avec trois micropoutres de caractéristiques différentes, afin de confronter les mesures en terme de sensibilité, bruit de mesure et limite de détection.

Pour tous les essais effectués en suivi de fréquence propre, nous avons constaté que la sensibilité vis-à-vis de la masse volumique est accrue pour des rapports largeur sur épaisseur importants des micropoutres. Les expériences réalisées ont également conduit à négliger l'influence de la viscosité des mélanges gazeux générés.

Nous avons alors observé, conformément au modèle théorique, une augmentation quasi linéaire de la fréquence propre de la micropoutre en fonction de la concentration d'hydrogène générée, avec une réponse instantanée. Sans aucun traitement de filtrage, la détection d'une concentration molaire d'hydrogène à 200 ppm dans de l'azote et dans de l'air reconstitué a pu être établie.

De par le principe de dilution du réseau gaz et des bouteilles utilisées, l'ajout d'une teneur quelconque de dioxyde de carbone dans un mélange gazeux réalisé à partir de la bouteille d'air reconstitué entraîne une variation négligeable de la masse volumique du mélange et par conséquent des variations négligeables de fréquence propre de la micropoutre.

Ne disposant pas d'une bouteille air reconstitué / dioxyde de carbone, seuls les essais réalisés avec l'azote en tant que gaz vecteur ont permis d'interpréter la réponse de la micropoutre en présence de dioxyde de carbone. Celle-ci est conforme à la réponse prévue par le modèle théorique.

Concernant l'acquisition et le traitement des mesures obtenues avec l'analyseur gain-phase, le programme existant permet de faire des acquisitions sur un temps maximal de 30 minutes.

Les développements actuels portent sur la réalisation d'un programme d'acquisition des mesures gain-phase sous *LabVIEW*, afin de générer des durées d'acquisition plus importantes. Ainsi, la perspective d'un pilotage du banc de mesure complet sous *LabVIEW* concernant la génération de mélanges de gaz ainsi que l'acquisition et le traitement des données est en cours de réalisation.

La difficulté réside toujours dans le fait d'obtenir un signal propre et fidèle pour toutes les micropoutres conçues. Il n'a en effet pas été évident de trouver parmi les micropoutres existantes au laboratoire celles qui sont exploitables avec l'analyseur gain-phase.

Parmi les nombreuses perspectives de développement des caractérisations de micropoutres sans couche sensible, nous pouvons citer les thèmes suivants :

- Essais avec des mélanges de gaz régulés en température. A cet effet, un flexible chauffant d'une longueur de 2m et régulé en température de 20°C à 80°C a été

commandé. Malheureusement, le produit reçu ne correspond pas à nos spécifications : le diamètre interne du flexible chauffant est supérieur au diamètre de canalisation du réseau. Actuellement, nous envisageons le retour de ce matériel et l'achat d'un nouveau produit chez un autre fournisseur.

- Optimisation du fonctionnement du calibrateur de vapeur et réalisation de nouvelles caractérisations des micropoutres soumises à un environnement en mélange d'air humide. Les expériences actuellement réalisées avec la vapeur d'eau ne sont pas assez nombreuses pour interpréter correctement l'effet de la vapeur d'eau sur la réponse de la micropoutre. A priori, la vapeur d'eau n'a pas d'influence significative, mais cette hypothèse doit être confirmée.
- Etude du suivi du facteur de qualité. Ce paramètre n'a pas été interprété dans cette étude et il serait intéressant d'élaborer une méthode précise de mesure de ce facteur, car c'est un paramètre plus sensible en relatif que la fréquence de résonance.
- Essais avec une excitation électromagnétique plus puissante, en utilisant des aimants avec des champs magnétiques supérieurs à celui utilisé actuellement.
- Mesures de la fréquence de résonance et du facteur de qualité par des mesures temporelles au lieu de mesures fréquentielles. Cette étude est actuellement en cours au laboratoire.
- Etude des modes vibrations plus élevés que le 1^{er} mode de résonance. En première approximation la sensibilité est proportionnelle à la fréquence de résonance donc la sensibilité est accrue mais il reste à évaluer le bruit de mesure et l'amplitude de vibration.

LISTE DES FIGURES

Figure 1.1 : Domaines d'application des études menées à l'IMS.....	8
Figure 1.2 : Multidisciplinarité dans la conception et la réalisation des microsystèmes [2].	10
Figure 1.3 : Micropoutre d'un microscope à force atomique [23].....	15
Figure 1.4 : Micropoutre ultra-fine en silicium, de la forme d'un plongeur miniature [23].Longueur : 85µm, Epaisseur : 100nm. La barre d'échelle représente 10µm.	15
Figure 1.5 : Micropoutre en silicium – Forme en T [23].	15
Figure 1.6 : Micro-usinage de surface, basé sur les propriétés d'attaque sélective des matériaux....	16
Figure 1.7 : Type de micropoutre utilisée à l'IMS.....	17
Figure 1.8 : Vibrations a) hors plan b) dans le plan c) en torsion pour les poutres rectangulaires [26].	18
Figure 1.9 : Géométrie d'une micropoutre rectangulaire (module d'Young E1, longueur L1, largeur b1 et épaisseur h1) avec sa couche sensible, de module d'Young E2, d'épaisseur h2 et de masse volumique ρ2, recouvrant la surface supérieure de la micropoutre.	18
Figure 1.10 : Déformée d'une micropoutre pour les 3 premiers modes de résonances, en l'absence de pertes [27]......	21
Figure 1.11 : Micropoutre sans couche sensible actionnée par une force de Laplace à son extrémité libre.	23
Figure 1.12 : Synoptique d'un oscillateur à base de micropoutre [25].	25
Figure 1.13 : Relevé de spectre en gain et en phase centré sur les trois premiers modes d'une micropoutre de 4mm de longueur, 1mm de largeur et 23 µm d'épaisseur [27]......	25
Figure 1.14 : Facteur de qualité (iso-valeurs) à L = 100µm en fonction de la largeur b et de l'épaisseur h d'une micropoutre de longueur 100 µm [27]......	26
Figure 1.15 : Exemple de réponse d'une micropoutre sans couche sensible détectant quatre concentrations d'hélium dans de l'azote : environ 2%, 1,5%, 1% et 0,5% [28]......	28
Figure 2.1 : Panoplie inox du local de stockage extérieur de bouteilles de gaz avant modification.	30
Figure 2.2 : Réseau gaz avant modification.	30
Figure 2.3 : Schéma du réseau gaz avant modification.....	32
Figure 2.4 : Proposition de modification du réseau gaz avec une ligne de sortie et 2 voies de faible ou fort débit.....	36
Figure 2.5 : Proposition de modification du réseau gaz avec deux lignes de sorties indépendantes.	37
Figure 2.6 : Schéma du principe de base d'un débitmètre massique à effet thermique [38].	41
Figure 2.7 : Flux gazeux dans un débitmètre massique à effet thermique [38].	42
Figure 2.8 : Support en acier pour sonde thermo-hygrométrique, avec un diamètre d'insertion de 22mm.	47
Figure 2.9 : Composants d'un capteur capacitif intégré à un hygromètre à variation d'impédance [39].	48
Figure 2.10 : Schéma du nouveau réseau gaz, installé en octobre 2009.....	53
Figures 2.11 et 2.12 : Panoplie de détente du local de stockage après modification.	54
Figure 2.13 : Exemple de paramètres de précision d'un mélange de gaz d'une concentration nominale demandée de 8ppm.....	55
Figures 2.14 : Régulateur de débit massique Brooks, modèle 5850TR.....	57
Figure 2.15 : Pilotage simplifié d'un régulateur de débit massique Brooks, via le logiciel Smart Control.	58
Figure 2.16 : Exemple d'informations disponibles sur un régulateur de débit massique, via le logiciel Smart Control.....	59
Figure 2.17 : Détendeur Air Liquide, type BD, équipé d'une vanne de réglage, d'un manomètre, de deux orifices d'entrée et de deux orifices de sortie (3/8 cylindrique femelle).....	61
Figure 2.18 : Nomenclature des principaux composants d'un détendeur simple détente.....	61
Figure 2.19 : Clapet anti-retour Air Liquide, modèle CHS4.	63
Figure 2.20 : Principaux composants du clapet anti-retour.	64
Figure 2.21 : Principaux composants d'une vanne à boisseau sphérique [41].	64

Figure 2.22: Vanne de commutation 3 voies [41].....	65
Figure 2.23 : Electrovanne tout ou rien NF, de marque ASCO.....	65
Figure 2.24 : Schéma des principaux composants d'une électrovanne tout ou rien de marque Asco [42].....	66
Figure 2.25 : Principe de fonctionnement d'une électrovanne [43].....	67
Figure 2.26 : Positionnement du thermo-hygromètre (sonde et afficheur), ainsi que le manomètre du réseau gaz.....	68
Figure 2.27 : Bornier de connexion pour le câblage du thermo-hygromètre.....	69
Figure 3.1 : Schéma d'un relais électromécanique.....	71
Figure 3.2 : Photo et schéma du relais CP Clare 15005B, type REED, à diode interne de protection.....	73
Figure 3.3 : Schéma électrique du circuit d'interfaçage.....	75
Figure 3.4 : Schéma fonctionnel du circuit d'interfaçage, réalisé sur une plaquette d'essai.....	76
Figure 3.5 : Alimentation à découpage primaire ABB, type CP-E 24V- 2,5A.....	77
Figure 3.6 : Convertisseur RS485/RS232, de marque Schneider, type XGS-Z24.....	78
Figure 3.7 : Boîtier de connexions National Instruments, type SCB-100.....	79
Figure 3.8 : Face avant du programme de pilotage – Partie 1 – Concentration actuelle des gaz dans les bouteilles.....	81
Figure 3.9 : Face avant du programme de pilotage – Partie 2 – Programmation d'une séquence de pilotage. Les commandes numériques sur fond jaune sont rentrées à titre d'exemple.....	82
Figure 3.10 : Face avant du programme de pilotage – Partie 3 – Envoi de consignes aux régulateurs de débit massique.....	82
Figure 3.11 : Face avant du programme de pilotage – Partie 4 – Lecture des débits instantanés et totalisateur de débits.....	83
Figure 3.12 : Diagramme du sous-VI «Write N ₂ », utilisant la fonction «WriteSetPoint».....	84
Figure 3.13 : Fonction «Indexer un tableau» du diagramme d'un VI.....	85
Figure 3.14 : Fonction «Insérer dans un tableau» du diagramme d'un VI.....	85
Figure 3.15 : Structure de condition « Vrai » du diagramme.....	86
Figure 3.16 : Structure de condition « Faux » du diagramme.....	88
Figure 3.17 : Structure de séquence empilée.....	88
Figure 3.18 : Etape n°1 de la structure séquence empilée – Pilotage des trois électrovannes du réseau gaz.....	89
Figure 3.19 : Etape n°2 de la structure séquence empilée – Lecture des débits instantanés.....	89
Figure 3.20 : Etape n°3 de la structure séquence empilée – Fonction totalisateur de débits.....	90
Figure 3.21 : Conditions de temps sur boucle While du diagramme.....	91
Figure 3.22 : Structure séquence empilée incluant la boucle While et définissant 4 variables locales.....	91
Figure 3.23 : Représentation d'un diagramme des sources d'erreurs, type « 5M », du processus de mesure.....	94
Figure 4.1 : Variations relatives de fréquence de résonance en fonction de la masse volumique du fluide [28].....	109
Figure 4.2 : Analyseur HP4194A – Description sommaire de la face avant en mode d'utilisation gain-phase.....	119
Figure 4.3 : Schéma des pistes d'une micropoutre représentant les cinq plots de câblage, les piézorésistances (entre les plots 2 et 3, puis 3 et 4) et la piste conductrice (entre les plots 1 et 5).....	120
Figure 4.4 : Schéma de câblage d'une micropoutre pour une utilisation avec l'analyseur gain-phase.....	121
Figure 4.5 : Emplacement des connecteurs sur les pistes d'un support PCB type 1.7.....	122
Figure 4.6 : Emplacement des connecteurs sur les pistes d'un support PCB type 2.0.....	122
Figure 4.7 : Connectique spécifique au support PCB de type 1.7.....	122
Figure 4.8 : Connectique actuelle pour les deux types de support PCB.....	123

Figure 4.9 : Photos du dispositif de mesure. (a) Vue d'ensemble, (b) vue sans capot, (c) détail sur l'intérieur de la chambre et (d) vue éclatée.....	123
Figure 4.10 : Photo du banc de mesure électrique et du raccordement au réseau gaz.....	124
Figure 4.11 : Réseau gaz – Panoplie de génération de mélanges gazeux	124
Figure 4.12 : Banc complet de mesure dans la salle « réseau gaz »	124
Figure 4.13 : Schéma de principe du générateur de vapeurs	125
Figure 4.14 : Pupitre de commande du calibrateur Calibrage, type PUL 110.....	126
Figure 4.15 : Variations de fréquence propre en fonction des variations de phase et de pente.....	131
Figure 4.16 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Bulbizarre dans un mélange azote/hydrogène sur une acquisition de 30 minutes – Essai 1.....	135
Figure 4.17 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Bulbizarre dans un mélange azote/hydrogène sur une acquisition de 30 minutes – Essai 2.....	135
Figure 4.18 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Sabelette dans un mélange azote/hydrogène sur une acquisition de 30 minutes – Essai 1.....	137
Figure 4.19 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Sabelette dans un mélange azote/hydrogène sur une acquisition de 10 minutes – Essai 2.....	137
Figure 4.20 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Nidorino dans un mélange azote/hydrogène sur une acquisition de 30 minutes – Essai 1.....	139
Figure 4.21 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Nidorino dans un mélange azote/hydrogène sur une acquisition de 30 minutes – Essai 2.....	139
Figure 4.22 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Bulbizarre dans un mélange azote/dioxyde de carbone sur une acquisition de 30 minutes.....	141
Figure 4.23 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Sabelette pour les essais 1 et 2 relatifs à la variation de la ligne de base.....	142
Figure 4.24 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Bulbizarre dans un mélange air reconstitué /hydrogène sur une acquisition de 30 minutes- Essai 1.....	145
Figure 4.25 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Bulbizarre dans un mélange air reconstitué /hydrogène sur une acquisition de 30 minutes- Essai 2.....	145
Figure 4.26 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Sabelette dans un mélange air reconstitué /hydrogène sur une acquisition de 30 minutes.....	146
Figure 4.27 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Nidorino dans un mélange air reconstitué /hydrogène sur une acquisition de 30 minutes	147
Figure 4.28 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Bulbizarre dans un mélange azote – hydrogène / dioxyde de carbone sur une acquisition de 30 minutes.....	149
Figure 4.29 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Bulbizarre dans un mélange air reconstitué- hydrogène / dioxyde de carbone sur une acquisition de 30 minutes.....	151
Figure 4.30 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Bulbizarre dans des mélanges binaires azote et air reconstitué / hydrogène, puis azote et air reconstitué / dioxyde de carbone....	152
Figure 4.31 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Bulbizarre dans un mélange azote-hydrogène et vapeur d'eau à 50,5%HR sur une acquisition de 30 minutes.....	154
Figure 4.32 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Bulbizarre dans un mélange azote-hydrogène et vapeur d'eau à 71,7%HR sur une acquisition de 30 minutes.....	154
Figure 4.33 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Bulbizarre dans un mélange azote-hydrogène sur une acquisition de 30 minutes – Essais en limite de détection – débit : 250 mL/min.....	156
Figure 4.34 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Bulbizarre dans un mélange air reconstitué-hydrogène sur une acquisition de 30 minutes – Essais en limite de détection- Débit : 250 mL/min.....	156
Figure 4.35 : Variation de la fréquence propre des micropoutres dans un mélange gaz vecteur-hydrogène en fonction de la teneur en hydrogène.....	158
Figure 4.36 : Variation théorique et expérimentale de la fréquence propre de la micropoutre Bulbizarre dans un mélange gaz vecteur-hydrogène en fonction de la teneur en hydrogène.....	159

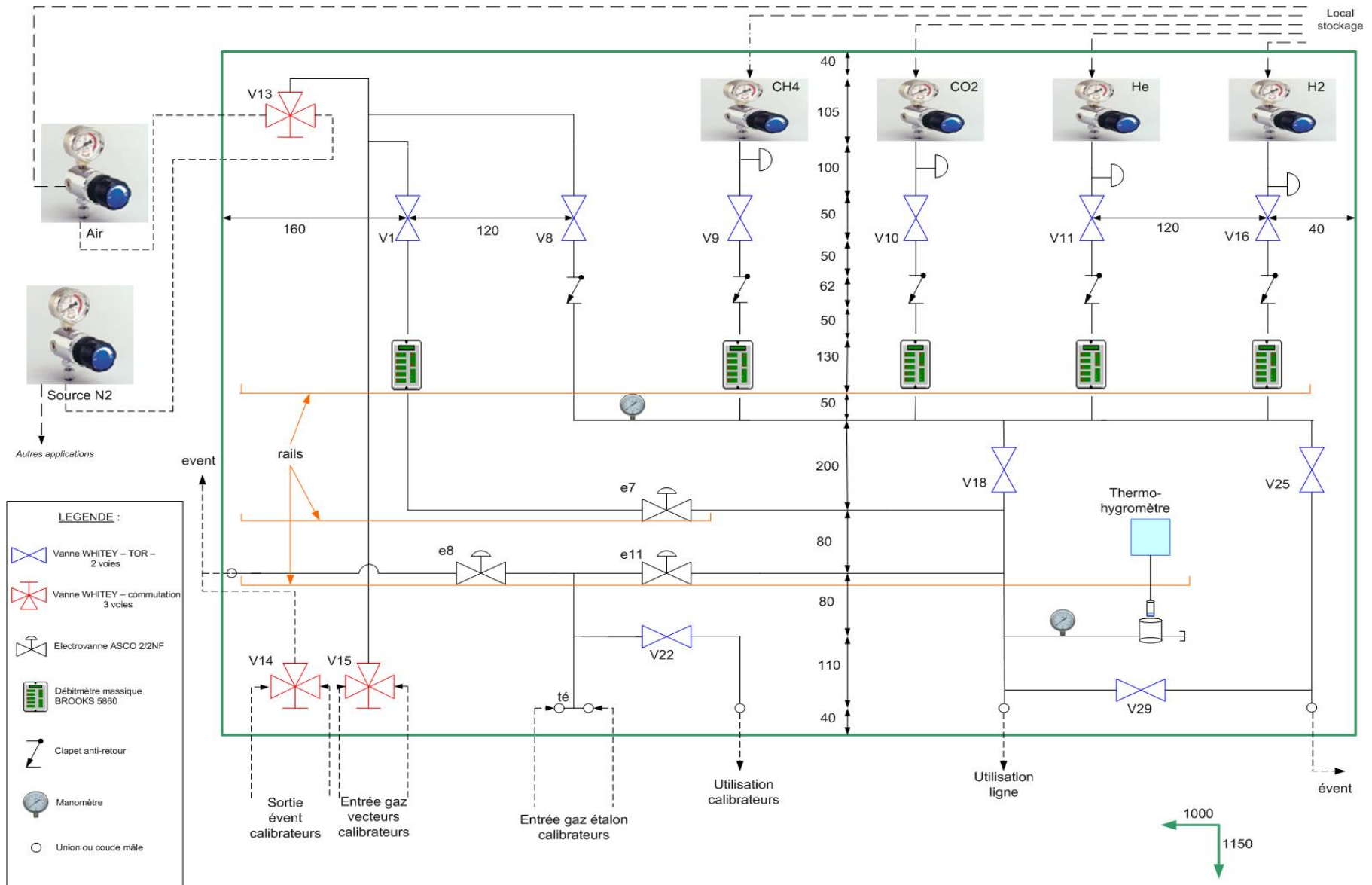
Figure 4.37 : Variation théorique et expérimentale de la fréquence propre de la micropoutre Sabelette dans un mélange gaz vecteur-hydrogène en fonction de la teneur en hydrogène.	159
Figure 4.38 : Variation théorique et expérimentale de la fréquence propre de la micropoutre Nidorino dans un mélange gaz vecteur-hydrogène en fonction de la teneur en hydrogène.	160
Figure 4.39 : Variation de la fréquence propre de la micropoutre Bulbizarre dans un mélange azote-dioxyde de carbone / hydrogène sur une acquisition de 30 minutes.....	161
Figure 4.40: Variation de la fréquence propre de la micropoutre Bulbizarre dans des mélanges hydrogénés en présence de dioxyde de carbone ou de vapeur d'eau.....	161

LISTE DES TABLEAUX


Tableau 1.1 : Valeurs de λ_n pour les premiers modes de flexion hors plan.	21
Tableau 2.1 : Inventaire et caractéristiques des débitmètres du laboratoire.	38
Tableau 2.2 : Exemples de configurations de réseaux avec les débitmètres du laboratoire.	38
Tableau 2.3 : Comparatif des spécifications techniques de régulateurs de débit massique de marques différentes.....	45
Tableau 2.3b : Suite du comparatif des spécifications techniques de régulateurs de débit massique de marques différentes	46
Tableau 2.4 : Comparatif des spécifications techniques de thermo-hygromètres capacitifs de marques différentes. (*) : Prix total pour deux hygromètres.	49
Tableau 2.5 : Estimatif des coûts de réalisation du réseau gaz.....	51
Tableau 3.1 : Masses molaires des gaz interférents et leurs incertitudes-types associées.....	98
Tableau 3.2 : Caractéristiques de mélanges gazeux binaires (azote et gaz interférent) à différentes teneurs	105
Tableau 3.3 : Caractéristiques de mélanges gazeux ternaires (azote et deux gaz interférents) à différentes teneurs.	106
Tableau 3.4 : Capacités thermiques molaires de l'azote, de l'oxygène et de l'air reconstitué et facteur de conversion de l'air reconstitué par rapport à l'azote, à T=10°C et T=30°C.	108
Tableau 4.1 : Caractéristiques des micropoutres utilisées en détection gazeuse	132
Tableau 4.2 : Types d'essais réalisés et cycles de mesure associés.....	133
Tableau 4.3 : Micropoutre Bulbizarre – Conditions des essais en environnement gazeux azote/hydrogène.	134
Tableau 4.4 : Résultats des essais 1 et 2 pour la micropoutre Bulbizarre en environnement gazeux azote/hydrogène	134
Tableau 4.5 : Micropoutre Sabelette – Conditions des essais en environnement gazeux azote/hydrogène.	136
Tableau 4.6 : Résultats des essais 1 et 2 pour la micropoutre Sabelette en environnement gazeux azote/hydrogène	136
Tableau 4.7 : Micropoutre Nidorino – Conditions des essais en environnement gazeux azote/hydrogène.	138
Tableau 4.8 : Résultats des essais 1 et 2 pour la micropoutre Nidorino en environnement gazeux azote/hydrogène.	138
Tableau 4.9 : Micropoutre Bulbizarre – Conditions de l'essai en environnement gazeux azote /dioxyde de carbone.	140
Tableau 4.10 : Résultats de l'essai pour la micropoutre Bulbizarre en environnement gazeux azote/dioxyde de carbone.....	140
Tableau 4.11 : Micropoutre Sabelette - Conditions des essais de variations de la ligne de base	142
Tableau 4.12 : Résultats des essais 1 et 2 pour la micropoutre Sabelette.....	142
Tableau 4.13 : Fractions volumiques des constituants gazeux des mélanges air reconstitué / azote-hydrogène réalisés à partir des régulateurs de débit massique.....	143
Tableau 4.14 : Micropoutre Bulbizarre – Conditions des essais en environnement gazeux air reconstitué /hydrogène.....	144
Tableau 4.15 : Résultats des essais 1 et 2 pour la micropoutre Bulbizarre en environnement gazeux air reconstitué /hydrogène.....	144
Tableau 4.16 : Micropoutre Sabelette – Conditions de l'essai en environnement gazeux air reconstitué /hydrogène.	145
Tableau 4.17 : Résultats de l'essai pour la micropoutre Sabelette en environnement gazeux air reconstitué /hydrogène.....	146
Tableau 4.18 : Micropoutre Nidorino – Conditions de l'essai en environnement gazeux air reconstitué /hydrogène.	146
Tableau 4.19 : Résultats de l'essai pour la micropoutre Nidorino en environnement gazeux air reconstitué /hydrogène.....	147

Tableau 4.20 : Micropoutre Bulbizarre – Conditions des essais en environnement gazeux azote-hydrogène /dioxyde de carbone.	148
Tableau 4.21-1 : Résultats des quatre essais pour la micropoutre Bulbizarre en environnement gazeux azote-hydrogène /dioxyde de carbone.	148
Tableau 4.21-2 : Résultats des quatre essais pour la micropoutre Bulbizarre en environnement gazeux azote-hydrogène /dioxyde de carbone- suite.	149
Tableau 4.22 : Fractions volumiques des constituants gazeux des mélanges air reconstitué / azote-hydrogène / azote-dioxyde de carbone réalisés à partir des régulateurs de débit massique, pour une teneur en hydrogène de 2%.	150
Tableau 4.23 : Micropoutre Bulbizarre – Conditions des essais en environnement gazeux air reconstitué-hydrogène /dioxyde de carbone.	150
Tableau 4.24 : Résultats de l’essai pour la micropoutre Bulbizarre en environnement gazeux air reconstitué-hydrogène /dioxyde de carbone.	151
Tableau 4.25 : Résultats de l’essai de comparaison de mélanges binaires.	151
Tableau 4.26 : Micropoutre Bulbizarre – Conditions des essais en environnement gazeux azote-hydrogène et vapeur d’eau.	153
Tableau 4.27: Résultats des essais pour la micropoutre Bulbizarre en environnement gazeux azote – hydrogène et vapeur d’eau.	153
Tableau 4.28 : Micropoutre Bulbizarre – Conditions des essais en environnement gazeux azote-hydrogène et air reconstitué-hydrogène – Essais en limite de détection	155
Tableau 4.28 : Résultats de l’essai en limite de détection pour la micropoutre Bulbizarre en environnement gazeux azote –hydrogène et vapeur d’eau.	155
Tableau 4.29 : Limites de détection théorique en hydrogène pour les micropoutres Bulbizarre, Sabelette et Nidorino.	157


ANNEXE 1 : SCHEMA DE CONCEPTION DIMENSIONNE DU RESEAU GAZ



ANNEXE 2 : CAPTEUR A CONDUCTIVITE THERMIQUE CARACTERISE PAR UNE EQUIPE DU CENTRE SPIN DE L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DES MINES DE SAINT-ETIENNE



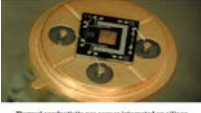
I Capteurs choisis



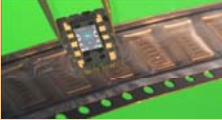

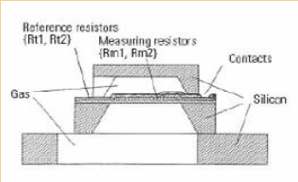
**Micro Thermal Conductivity Sensor
MTCS 2204**

↓


**Développé par NEROXIS
(Suisse)**



Thermal conductivity gas sensor integrated on silicon

3 modules commandés



↓


Références

- 126
- 129
- 130


Seul testé jusqu'à présent

Projet ANDRA - Bordeaux
Réunion du 20 Avril 2010

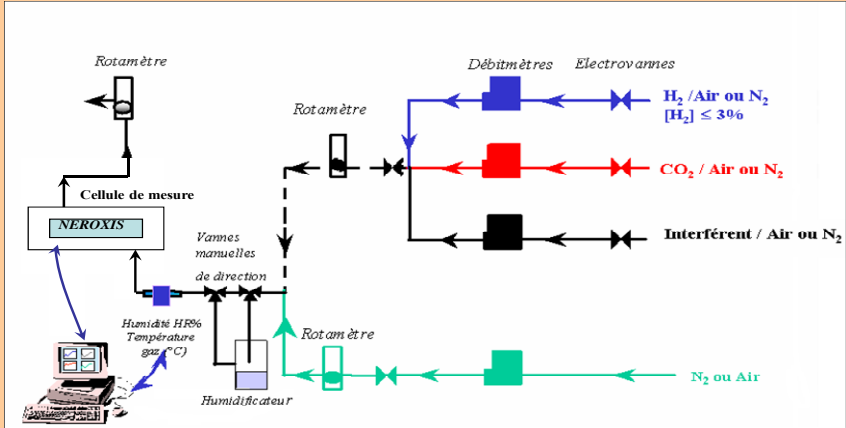
3



II Conditions de tests




Banc de tests (suite)




Projet ANDRA - Bordeaux
Réunion du 20 Avril 2010

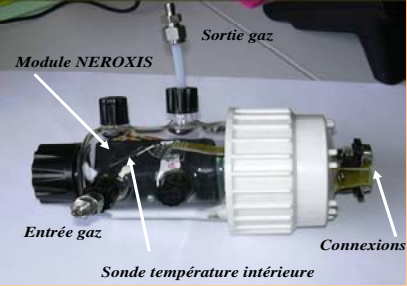
5



II Conditions de tests



Cellule de mesure



Volume cellule ≈ 0.55 l

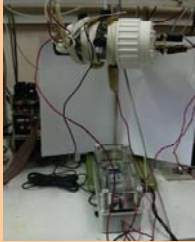
Pour tests en température

↓

**Mise en place d'un cordon chauffant
régulé par un thermostat et une sonde Pt₁₀₀
à l'extérieur de la cellule**

↻

**Contrôle de la température intérieure
par une sonde (10 mV / °C)**



Projet ANDRA - Bordeaux
Réunion du 20 Avril 2010

6

ANNEXE 3 : CAPACITES THERMIQUES MOLAIRES DES GAZ PARFAITS EN FONCTION DE LA TEMPERATURE

Cette table est issue du livre *Thermodynamique : une approche pragmatique* [52].

TABLE A.2

Chaleurs massiques de gaz parfaits. (suite)

c) En fonction de la température.

$$\bar{c}_p = a + bT + cT^2 + dT^3$$

(T en K, c_p en kJ/kmol · K)

Substance	Formule	a	b	c	d	Plage de température, K	% erreur	
							Max	Moy
Azote	N ₂	28,90	-0,1571 × 10 ⁻²	0,8081 × 10 ⁻⁵	-2,873 × 10 ⁻⁹	273-1 800	0,59	0,34
Oxygène	O ₂	25,48	1,520 × 10 ⁻²	-0,7155 × 10 ⁻⁵	1,312 × 10 ⁻⁹	273-1 800	1,19	0,28
Air	—	28,11	0,1967 × 10 ⁻²	0,4802 × 10 ⁻⁵	-1,966 × 10 ⁻⁹	273-1 800	0,72	0,33
Hydrogène	H ₂	29,11	-0,1916 × 10 ⁻²	0,4003 × 10 ⁻⁵	-0,8704 × 10 ⁻⁹	273-1 800	1,01	0,26
Monoxyde de carbone	CO	28,16	0,1675 × 10 ⁻²	0,5372 × 10 ⁻⁵	-2,222 × 10 ⁻⁹	273-1 800	0,89	0,37
Dioxyde de carbone	CO ₂	22,26	5,981 × 10 ⁻²	-3,501 × 10 ⁻⁵	7,469 × 10 ⁻⁹	273-1 800	0,67	0,22
Vapeur d'eau	H ₂ O	32,24	0,1923 × 10 ⁻²	1,055 × 10 ⁻⁵	-3,595 × 10 ⁻⁹	273-1 800	0,53	0,24
Oxyde nitrique	NO	29,34	-0,09395 × 10 ⁻²	0,9747 × 10 ⁻⁵	-4,187 × 10 ⁻⁹	273-1 500	0,97	0,36
Oxyde nitreux	N ₂ O	24,11	5,8632 × 10 ⁻²	-3,562 × 10 ⁻⁵	10,58 × 10 ⁻⁹	273-1 500	0,59	0,26
Dioxyde d'azote	NO ₂	22,9	5,715 × 10 ⁻²	-3,52 × 10 ⁻⁵	7,87 × 10 ⁻⁹	273-1 500	0,46	0,18
Ammoniac	NH ₃	27,568	2,5630 × 10 ⁻²	0,99072 × 10 ⁻⁵	-6,6909 × 10 ⁻⁹	273-1 500	0,91	0,36
Soufre	S ₂	27,21	2,218 × 10 ⁻²	-1,628 × 10 ⁻⁵	3,986 × 10 ⁻⁹	273-1 800	0,99	0,38
Dioxyde de soufre	SO ₂	25,78	5,795 × 10 ⁻²	-3,812 × 10 ⁻⁵	8,612 × 10 ⁻⁹	273-1 800	0,45	0,24
Trioxysulfure de soufre	SO ₃	16,40	14,58 × 10 ⁻²	-11,20 × 10 ⁻⁵	32,42 × 10 ⁻⁹	273-1 300	0,29	0,13
Acétylène	C ₂ H ₂	21,8	9,2143 × 10 ⁻²	-6,527 × 10 ⁻⁵	18,21 × 10 ⁻⁹	273-1 500	1,46	0,59
Benzène	C ₆ H ₆	-36,22	48,475 × 10 ⁻²	-31,57 × 10 ⁻⁵	77,62 × 10 ⁻⁹	273-1 500	0,34	0,20
Méthanol	CH ₄ O	19,0	9,152 × 10 ⁻²	-1,22 × 10 ⁻⁵	-8,039 × 10 ⁻⁹	273-1 000	0,18	0,08
Éthanol	C ₂ H ₆ O	19,9	20,96 × 10 ⁻²	-10,38 × 10 ⁻⁵	20,05 × 10 ⁻⁹	273-1 500	0,40	0,22
Acide chlorhydrique	HCl	30,33	-0,7620 × 10 ⁻²	1,327 × 10 ⁻⁵	-4,338 × 10 ⁻⁹	273-1 500	0,22	0,08
Méthane	CH ₄	19,89	5,024 × 10 ⁻²	1,269 × 10 ⁻⁵	-11,01 × 10 ⁻⁹	273-1 500	1,33	0,57
Éthane	C ₂ H ₆	6,900	17,27 × 10 ⁻²	-6,406 × 10 ⁻⁵	7,285 × 10 ⁻⁹	273-1 500	0,83	0,28
Propane	C ₃ H ₈	-4,04	30,48 × 10 ⁻²	-15,72 × 10 ⁻⁵	31,74 × 10 ⁻⁹	273-1 500	0,40	0,12
n-Butane	C ₄ H ₁₀	3,96	37,15 × 10 ⁻²	-18,34 × 10 ⁻⁵	35,00 × 10 ⁻⁹	273-1 500	0,54	0,24
i-Butane	C ₄ H ₁₀	-7,913	41,60 × 10 ⁻²	-23,01 × 10 ⁻⁵	49,91 × 10 ⁻⁹	273-1 500	0,25	0,13
n-Pentane	C ₅ H ₁₂	6,774	45,43 × 10 ⁻²	-22,46 × 10 ⁻⁵	42,29 × 10 ⁻⁹	273-1 500	0,56	0,21
n-Hexane	C ₆ H ₁₄	6,938	55,22 × 10 ⁻²	-28,65 × 10 ⁻⁵	57,69 × 10 ⁻⁹	273-1 500	0,72	0,20
Éthylène	C ₂ H ₄	3,95	15,64 × 10 ⁻²	-8,344 × 10 ⁻⁵	17,67 × 10 ⁻⁹	273-1 500	0,54	0,13
Propylène	C ₃ H ₆	3,15	23,83 × 10 ⁻²	-12,18 × 10 ⁻⁵	24,62 × 10 ⁻⁹	273-1 500	0,73	0,17

ANNEXE 4 : ANALYSE THERMODYNAMIQUE DU SYSTEME DE GENERATION D'UN MELANGE GAZEUX HUMIDE

Dans cette étude, nous utiliserons les notations suivantes :

- Mélange de gaz secs ou « mélange S », les mélanges de gaz générés par les régulateurs de débit massique ⁽¹⁾,
- Air humide ou « mélange Ah », le mélange d'azote sec et de vapeur d'eau généré par le calibrateur de vapeur,
- Mélange résultant ou « mélange T » le mélange de gaz secs et d'air humide dans la cellule de mesure contenant la micropoutre.

Toutes les grandeurs définies précédemment dans le rapport (humidité absolue, débit volumétrique, enthalpie, capacité thermique etc.) seront ramenées en terme de masse de constituants gazeux afin de prédire leur comportement selon une analyse gravimétrique, adaptée aux objectifs pré-cités.

Fraction massique

La fraction massique fm_i d'un gaz interférent dans le mélange S est le rapport de la masse m_i du constituant i à la masse m_S du mélange et la fraction molaire y_i est le rapport du nombre de moles du constituant i au nombre total de moles dans le mélange. La relation entre les fractions massiques et molaires du mélange S peut s'exprimer à l'aide de la masse molaire M_i du constituant i et de la masse molaire moyenne du mélange $M_{app.}$, qualifiée d'apparente car la masse molaire est une caractéristique d'un corps pur. On obtient alors :

$$fm_i = \frac{m_i}{m_S} = y_i \frac{M_i}{M_{app.}} = y_i \frac{M_i}{\sum_{i=1}^{i=k} y_i M_i} \quad (Eq.A4-1)$$

Conservation de l'énergie

La première loi de la thermodynamique définit le principe de conservation de l'énergie :

La variation d'énergie totale d'un système au cours d'une évolution est égale à différence entre l'énergie qui entre et celle qui sort du système pendant cette même évolution. Pour l'estimer, il est nécessaire de connaître l'énergie totale du système au début et à la fin de cette évolution. Si l'on exclut les formes électriques, magnétiques et l'effet de tension superficielle, elle sera égale à la somme des variations de l'énergie interne, de l'énergie cinétique et de l'énergie potentielle :

$$\Delta E_{système} = E_{in} - E_{out} = E_{final} - E_{initial} = \Delta U + \Delta Ec + \Delta Ep \quad (Eq.A4-2)$$

Avec $\Delta E_{système}$ la variation de l'énergie totale, E_{in} et E_{out} les énergies entrantes et sortantes, ΔU l'énergie interne, ΔEc et ΔEp les énergies cinétiques et potentielles.

L'énergie peut être transférée à un système ou d'un système de trois façons différentes : au moyen de la transmission de chaleur, du transfert de travail et par un écoulement (le transfert de masse).

Or, l'analyse thermodynamique porte sur la cellule de mesure de la micropoutre dans laquelle il y a un écoulement entrant et sortant. Un tel système est dit ouvert et il est représenté par un volume de contrôle (zone effective de la chambre de mesure), isolé du milieu extérieur et ne faisant intervenir aucun travail.

(1): Les différents essais de génération avec le réseau gaz montrent une humidité résiduelle du mélange S en sortie généralement inférieure à 2%HR. Cette humidité résiduelle sera prise en compte dans les calculs thermodynamiques mais l'appellation « mélange de gaz secs » sera conservée.

cinétiques et potentielles des écoulements gazeux sont également considérées comme négligeables. Le bilan massique et énergétique des mélanges gazeux avec vapeur d'eau s'énoncent alors ainsi :

- Bilan massique de gaz secs $d_T = d_S + d_{Ah}$ (Eq.A4-3)

- Bilan massique de vapeur d'eau $H_{a-T}d_T = H_{a-S}d_S + H_{a-Ah}d_{Ah}$ (Eq.A4-4)

- Bilan énergétique $h_Td_T = h_Sd_S + h_{Ah}d_{Ah}$ (Eq.A4-5)

avec d_i le débit massique du mélange de gaz i (en kg/min), H_{a-i} son humidité absolue (en kg de vapeur d'eau / kg d'air sec) et h_i son enthalpie massique (en kJ.kg⁻¹.°C⁻¹).

Conversion des unités de débit

Dans le chapitre III, le débit total du mélange gazeux généré par les régulateurs de débit était mentionné dans l'équation 3.5 comme $\sum d_i$ et rapporté en unité de débit volumique (en mL/min).

Dans cette analyse thermodynamique, ce même débit est mentionné d_S , mais il est rapporté en unité de débit massique (kg/min) en exprimant le débit volumique en m³/min, puis en le multipliant par la masse volumique du mélange S ($\rho_{mélange}$ - voir Eq.4.31).

De même le débit d_{Ah} généré par le calibrateur de vapeur pré-réglé à 100 mL/min, est exprimé en m³/min, puis multiplié par la masse volumique de l'air humide ρ_{Ah} .

La masse volumique de l'air humide ρ_{Ah} est établie d'après l'équation 4.44.

Humidité absolue en analyse gravimétrique

L'humidité absolue H_{a-i} d'un mélange de gaz i sous pression atmosphérique est ici définie comme le rapport de la masse de vapeur à la masse d'air sec et peut être exprimée en fonction des pressions :

$$H_{a-i} = \frac{p_{pv} / (R / M_{eau})}{P_m / (R / M_a)} \quad (Eq.A4-6)$$

Où M_a est la masse molaire de l'air sec ($M_a = 28,9654$ g.mol⁻¹), P_m la pression totale du mélange air sec/air humide (Pa), R la constante du gaz parfait ($R=8,314472$ J.K⁻¹.mol⁻¹) et M_{eau} la masse molaire de l'eau ($M_{eau}=18,0153$ g.mol⁻¹).

La relation entre l'humidité absolue (définie en kilogramme de vapeur d'eau par kilogramme d'air sec) et l'humidité relative peut être déterminée en regroupant les équations 4.39 et 4.51 :

$$H_{a-i} = 0,622 \frac{H_r p_{vs}(T)}{P_m - H_r p_{vs}(T)} \quad (Eq.A4-7)$$

Où $p_{vs}(T)$ est la pression de vapeur saturante de l'eau dans l'air à la température T et H_r l'humidité relative (en %)

Enthalpie d'un gaz ou d'un mélange de gaz parfaits

La température des mélanges gazeux générés par le réseau gaz varie approximativement entre 10°C et 30°C. Dans cette étendue de mesure et à pression atmosphérique :

- la vapeur d'eau est considérée comme un gaz parfait et son enthalpie h_v n'est fonction que de la température ($h_v = h_v(T)$).
- la capacité thermique massique moyenne de la vapeur d'eau est de $1,82 \text{ kJ.kg}^{-1}.\text{°C}^{-1}$.

Sachant qu'à 0°C, l'enthalpie de la vapeur d'eau est de 2500,9 kJ/kg, l'enthalpie de la vapeur d'eau dans notre application peut être approximée ainsi :

$$h_v(T) = 2500,9 + 1,82T \quad (\text{Eq.A4-8})$$

où $h_v(T)$ est l'enthalpie de la vapeur d'eau (en kJ/kg d'air sec) et T la température en °C.

L'enthalpie totale (H_i) d'un mélange de gaz i est égale à la somme des enthalpies du gaz sec ou du mélange de gaz secs composé d'un gaz vecteur et d'un ou plusieurs gaz interférents (H_{gvi}) et de la vapeur d'eau (H_v), soit :

$$H_i = H_{gvi} + H_v \quad (\text{Eq.A4-9})$$

L'enthalpie massique du mélange de gaz i est alors définie en fonction des fractions massiques du gaz sec et de la vapeur d'eau, soit :

$$h_i = fm_{gvi} h_{gvi} + fm_v h_v \quad (\text{Eq.A4-10})$$

On remplace dans l'équation précédente les fractions massiques par les humidités absolues correspondantes du gaz sec et de la vapeur d'eau

$$h_i = \frac{1}{1 + H_{a-gvi}} h_{gvi} + \frac{H_{a-v}}{1 + H_{a-v}} h_v \quad (\text{Eq.A4-11})$$

Cette dernière expression nous servira à déterminer les enthalpies massiques des mélanges gazeux générés.

Dans le cas du mélange de gaz S , l'enthalpie du mélange de gaz vecteur et gaz interférent(s) h_{gvi} peut être estimée avec l'expression :

$$h_{gvi} = \left(\sum_j c_{p_j} fm_j \right) T \quad (\text{Eq.A4-12})$$

où c_{p_j} est la capacité thermique massique du constituant j du mélange S (en $\text{kJ.kg}^{-1}.\text{°C}^{-1}$), fm_j sa fraction massique associée et T la température du mélange de gaz. (en °C).

Les capacités thermiques massiques des constituants gazeux peuvent être déterminées grâce à la table des capacités thermiques molaires en fonction de la température (voir annexe 3), en divisant les valeurs calculées par la masse molaire du constituant.

L'enthalpie de l'air humide issu du calibrateur, fonctionnant avec de l'azote sec et de la vapeur d'eau, peut s'exprimer ainsi :

$$h_{Ah} = \frac{1}{1 + H_{a-Ah}} h_{N_2} + \frac{H_{a-Ah}}{1 + H_{a-Ah}} h_v \quad (\text{Eq.A4-13})$$

L'enthalpie de l'azote sec h_{N_2} peut être définie de la même manière que l'enthalpie du mélange de gaz vecteur et gaz interférent(s), mais dans l'étendue de mesure de 15°C à 30°C, sa capacité thermique massique demeure à peu près constante et égale à 1,037 kJ.kg⁻¹.°C⁻¹.

L'enthalpie de l'azote sec est alors estimée avec l'expression :

$$h_{N_2} = c_p T = 1,037T \quad (\text{Eq.A4-14})$$

où h_{N_2} est l'enthalpie de l'azote sec en kJ/kg et T est la température en °C.

En considérant l'enthalpie du gaz sec du mélange résultant égale à celle de l'azote sec, l'enthalpie du mélange résultant peut alors s'exprimer ainsi :

$$h_T = \frac{1}{1 + H_{a-T}} h_{N_2} + \frac{H_{a-T}}{1 + H_{a-T}} h_v \quad (\text{Eq.A4-15})$$

Mise en œuvre de l'humidification d'un mélange de gaz

Afin d'obtenir l'humidité relative souhaitée du mélange résultant (notée H_{r-X}), il est nécessaire de déterminer la valeur de consigne d'humidité absolue H_{a-Ah} à rentrer sur le pupitre de commande du calibrateur de vapeur, ainsi que le débit total d_S du mélange S . Ces deux paramètres peuvent être calculés à partir des grandeurs et des concepts thermodynamiques exploités précédemment, en suivant les étapes d'une méthode basée sur la mise en œuvre expérimentale de la génération d'un mélange gazeux avec vapeur d'eau. Pour chaque étape, un exemple de l'humidification d'un mélange d'azote et d'hydrogène, généré avec une teneur molaire en hydrogène de 2%-mol est présenté. L'application numérique (A.N) sera développée à partir de valeurs expérimentales obtenues lors d'un essai :

- température de mélange T_S de 20°C avec une humidité résiduelle de 1%HR,
- température de mélange d'air humide T_{Ah} de 23,3°C,
- température de mélange résultant T_T de 22°C pour **une humidité relative souhaitée $H_{r-X} = 50\%HR$.**

La méthode peut se présenter ainsi :

- 1- Générer le mélange de gaz secs (mélange «S») avec un débit total inférieur à 100mL/min. Relever après 5 minutes de fonctionnement les valeurs de température T_1 et d'humidité relative résiduelle H_{r-S} du mélange de gaz sur le thermo-hygromètre du réseau.
- 2- Calculer la pression de vapeur saturante de l'eau dans l'air $p_{vs}(T)$ à la température T_1 d'après l'équation 4.42.
A.N : $p_{vs}(20^\circ\text{C}) = 2339,25$ Pa.
- 3- Convertir la valeur d'humidité relative résiduelle H_{r-S} en humidité absolue H_{a-S} à l'aide de la valeur de $p_{vs}(T_1)$ et d'après l'équation A4-9.
A.N : $H_{a-S} = 0,144$ g de vapeur d'eau / kg d'air sec
- 4- Calculer la fraction massique du constituant du mélange, ainsi que sa masse molaire apparente d'après l'équation A4-1.

A.N: $M_{app. (N_2+H_2-2\%)} = 27,493 \text{ g.mol}^{-1}$ et $fm_{H_2-2\%} = 1,467.10^{-3}$.

- 5- Déterminer les capacités thermiques massiques des constituants du mélange à la température T_1 à l'aide de la table thermodynamique des capacités thermiques molaires (annexe 3).

A.N: $c_{p_{N_2(20^\circ C)}} = 1,037 \text{ kJ.kg}^{-1}.\text{°C}^{-1}$; $c_{p_{H_2(20^\circ C)}} = 14,314 \text{ kJ.kg}^{-1}.\text{°C}^{-1}$ et

$$\sum_j c_{p_j} fm_j = c_{p_{N_2}} fm_{N_2} + c_{p_{H_2}} fm_{H_2} = 1,057 \text{ kJ.kg}^{-1}.\text{°C}^{-1}.$$

- 6- Calculer l'enthalpie massique h_S du mélange de gaz S avec les valeurs calculées lors des étapes 3, 4 et 5 et d'après l'équation A4.12.

A.N: $h_S = 21,500 \text{ kJ/kg}$

- 7- Convertir, grâce à l'équation A4.7, la valeur de l'humidité relative souhaitée du mélange résultant (H_{r-X}) en une valeur d'humidité absolue pour une température égale à T_1 (le résultat sera défini comme une *humidité absolue intermédiaire* $H_{a-int.}$).

A.N: $H_{a-int.} = 7,263 \text{ g de vapeur d'eau / kg d'air sec.}$

- 8- Mettre en marche le calibrateur et générer l'humidité absolue intermédiaire calculée dans l'étape 7, en considérant l'azote comme gaz sec et en utilisant la masse volumique de l'azote sec à la température T_1 .

A.N: $\rho_{N_2(20^\circ C)} = 1,1645 \text{ kg/m}^3$ et $H_{a-int.} = 8912,3 \text{ mg/m}^3$.

- 9- Relever après un minimum de 10 minutes de fonctionnement la température T_T du mélange résultant, indiqué par le thermo-hygromètre en sortie du réseau gaz. Relier le support en acier⁽¹⁾ (où la sonde d'un deuxième thermo-hygromètre est insérée) à la canalisation de sortie du calibrateur. Relever la température T_{Ah} de l'air humide et la valeur d'humidité relative en sortie du calibrateur $H_{r-int.}$. Vérifier, à partir des valeurs $H_{a-int.}$ et T_{Ah} , la concordance entre le calcul théorique de l'humidité relative $H_{r-int.}$ à partir de l'équation 4.43 et la valeur de l'humidité relative indiquée par le thermo-hygromètre.

- 10- Convertir le débit d_{Ah} exprimé en unité de débit volumique (mL/min) en unité de débit massique (kg/min) en utilisant la masse volumique de l'air humide, d'après l'équation 4.44. Prendre la valeur de $H_{r-int.}$ pour l'humidité relative et la température T_{Ah} pour le calcul de la pression de vapeur saturante.

A.N: $d_{Ah} = 1,151.10^{-4} \text{ kg/min}$

- 11- Convertir, grâce à l'équation A4.7, la valeur de l'humidité relative souhaitée du mélange résultant (H_{r-X}) en une valeur d'humidité absolue H_{a-T} pour une valeur de température égale à T_T .

A.N: $H_{a-T} = 8,226 \text{ g de vapeur d'eau / kg d'air sec}$

- 12- Calculer l'enthalpie massique h_T du mélange résultant d'après l'équation A4.15.

A.N: $h_T = 43,368 \text{ kJ/kg}$

- 13- Utiliser les bilans massiques et énergétiques des mélanges gazeux avec vapeur d'eau, énoncés d'après les équations A4-3, A4-4 et A4-5 et permettant d'exprimer le débit d_S :

$$d_S = \frac{h_{Ah} - h_T}{h_T - h_S} d_{Ah} = \frac{H_{a-Ah} d_{Ah} - H_{a-T} d_{Ah}}{H_{a-T} - H_{a-S}} \quad (\text{Eq.A4-16})$$

L'enthalpie de l'air humide h_{Ah} peut se simplifier ainsi :

$$h_{Ah} = h_{N_2} + \frac{h_v}{10^3} H_{a-Ah} = h_{N_2} + h_v' H_{a-Ah} \quad (\text{Eq.A4-17})$$

(1) : voir figure 2.7, chapitre II-1-3-6.

L'humidité absolue H_{a-Ah} peut enfin être calculée grâce à l'expression précédente, en résolvant l'équation :

$$\frac{h_{N_2} + H_{a-Ah}h_v - h_T}{h_T - h_S} d_{Ah} = \frac{H_{a-Ah}d_{Ah} - H_{a-T}d_{Ah}}{H_{a-T} - H_{a-S}} \quad (Eq.A4-18)$$

On trouve alors

$$H_{a-Ah} = \frac{H_{a-T}(d_{Ah}h_S - d_{Ah}h_T) + (H_{a-T} - H_{a-S})(h_Td_{Ah} - h_{N_2}d_{Ah})}{h_v d_{Ah}(H_{a-T} - H_{a-S}) - (d_{Ah}h_T - d_{Ah}h_S)} \quad (Eq.A4-19)$$

(en kg vapeur d'eau/kg d'air sec)

Calculer les valeurs de d_S et H_{a-Ah} à l'aide de toutes les valeurs des grandeurs déterminées lors des étapes précédentes, d'après les équations A4-16 et A4-19.

A.N : $H_{a-Ah} = 10,341$ g de vapeur d'eau / kg d'air sec et $d_S = 3,011 \cdot 10^{-5}$ kg/min

14- Générer sur le calibrateur l'humidité absolue H_{a-Ah} obtenue précédemment, en la convertissant en mg/m^3 , en utilisant la valeur de la masse volumique de l'azote sec à la température T_{Ah} .

A.N : $H_{a-Ah} = 11912,8$ mg/m^3

15- Convertir le débit massique en mL/min en utilisant la masse volumique du mélange S à la température T_T et rentrer la valeur d_S en consigne de débit total sous *LabVIEW*.

A.N : $d_S = 34,2$ mL/min.

Dans le cas envisageable où les valeurs calculées de d_S et H_{a-Ah} ne rentrent pas dans la gamme de fonctionnement du régulateur de débit d'azote ou du calibrateur de vapeur, il suffit d'imposer une valeur limite à l'une de ces valeurs et calculer l'autre d'après l'équation A4-16.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] Site internet de l'IMS, rubrique « Projets » :
<http://www.ims-bordeaux.fr/IMS/PROJETSIMS/pages/accueil.php>
- [2] D.ESTEVE, J.SIMONNE. *Microsystèmes*. Techniques de l'ingénieur. Référence E2305 (Septembre 2000).
- [3] H. FUJITA et H. TOSHIYOSHI. *Microactuators and their applications*. Microelectronics Journal, Vol. 29, Issue 9, pp.637-640 (1998).
- [4] R.A. CONANT, P.M. HAGELIN, U. KRISHNAMOORTHY, M. HART, O. SOLGAARD, K.Y. LAU et R. S. MULLER. *A raster-scanning fullmotion video display using polysilicon micromachined mirrors*. Sensors and Actuators A: Physical, Vol. 83, Issues 1-3, pp.291-296 (2000).
- [5] A.TROUILLET. *Applications de la micro-optique*. Site internet :
<http://prn1.univ-lemans.fr/prn1/siteheberge/PublisCours>. Consulté en août 2009.
- [6] D.HARONIAN. *A low-cost micromechanical accelerometer with integrated solid-state sensor*. Sensors and Actuators A:Physical, Vol. 84, Issues 1-2, pp.149-155 (Août 2000).
- [7] M. ANDUZE, S. COLIN et H. CAMON. *Fluidic microdiodes: An alternative for microvalves*. Mécanique & Industries, Vol. 2, Issue 4, pp.349-354 (Juillet 2001).
- [8] A.POTHIER. *Conception, réalisation et test de microcommutateurs mico-électromécaniques et application aux circuits hyperfréquences reconfigurables*. Thèse de doctorat, Université de Limoges (2003).
- [9] F.AKASHEH, J.D.FRASER, S.BOSE et A.BANDYOPADHYAY. *Piezoelectric micromachined ultrasonic transducers: modeling the influence of structural parameters on device performance*. Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control, IEEE Transactions on Vol.52, Issue 3, pp.455-468 (Avril 2005).
- [10] K. WANG et C.T-C. NGUYEN. *High-order micromechanical electronic filters*. Proceedings of the IEEE Internat. Micro Electro Mechanical Systems workshop, Japan, pp.25-30 (1997).
- [11] K.W. HILLIER. *A Vibrating Cantilever Method for the Investigation of the Dynamic Elasticity of High Polymers*. Proceedings of the Physical Society. Section B, Vol. 64, Number 11 (1951).
- [12] R.P. FEYNMAN. *There's Plenty of Room at the Bottom*. Conférence donnée le 29/12/1959 lors du congrès *American Physical Society* au *California Institute of Technology* (Caltech). Publication : *Caltech's Engineering and Science Magazine* (Février 1960).
- [13] H.C NATHANSON et al. *The Resonant Gate Transistor*. IEEE Trans.Electron Devices vol. 14, no. 3, pp.117-133 (Mars 1967).
- [14] K.E. PETERSON. *Silicon as a mechanical material*. Proceedings of the IEEE Vol.70, Issue 5, pp.420-457 (Mai 1982).
- [15] J.B. ANGELL, P.W. BARTH et S.C.TERRY. *Silicon micromechanical devices*. Scientific American, vol. 248, p. 44-55 (Avril 1983).
- [16] G.BINNIG, C.F.QUATE et C.GERBER. *Atomic Force Microscop*. Physics Review Letters, Vol.56, Issue 9, pp930-933 (Mars 1986).

- [17] R.S. MULLER, L.S. FAN et Y. C. TAI. *Integrated Movable Micromechanical Structures for Sensors and Actuators*. IEEE Transactions on Electrical Devices, ED-35, pp724-730 (Juin 1988).
- [18] H.CAMON. *Contribution à la conception et à la réalisation de microsystèmes électrostatiques*. Rapport de synthèse pour une habilitation à diriger des recherches pp10-25, Laboratoire LAAS à Toulouse, (Janvier 2005).
- [19] S.J. SHERMAN, W.K. TSANG, T.A. CORE, R.S. PAYNE, D.E. QUINN, K.H.L. CHAU, J.A. FARASH et S.K. BAUM. *A low cost monolithic accelerometer; product/technology update*. Article présenté lors de la conférence IEEE International Electron Devices Meeting, San Fransisco, Californie (Décembre 1992).
- [20] T.THUNDAT, R.WARMACK, G.CHEN et D.ALLISON. *Thermal and ambient-induced deflections of scanning force microscope cantilevers*. Applied Physics Letters. Tome 64(21), 2894-2896 (1994).
- [21] J.BARNES, R.STEPHENSON, M.WELLAND, C.GERBER et J.GIMZEWSKI. *Photothermal spectroscopy with femtojoule sensitivity using a micromechanical device*. Nature. Tome 372, Issue 6501, pp79-81 (1994).
- [22] Site internet du “Réseau de grandes centrales technologiques pour Recherche Technologique de Base” : <http://www.rtb.cnrs.fr>. Consulté en août 2009.
- [23] Site internet Physorg.com : <http://www.physorg.com/news68736004.html>
Section : *Growing Nanostructures on Micro Cantilever Provides New Platform for Materials Discovery - Olympus AFM cantilever*. Consulté en août 2009.
- [24] S.PAINEAU, P.ANDREUCCI et C.SCHAFFNIT. *Microsystèmes : applications et mise en œuvre*. Techniques de l’ingénieur. Référence E3090 (Février 2005).
- [25] I.DUFOUR et F.LOCHON. *Microcapteurs chimiques en micropoutres silicium pour régime dynamique*. Techniques de l’ingénieur – Référence IN84 (Avril 2006).
- [26] K.M. GOEDERS, J.S. COLTON et L.A. BOTTOMLEY. *Microcantilevers : Sensing chemical interactions via mechanical motion*. Chemical Reviews, 108(2), pp522-542 (Janvier 2008).
- [27] F.LOCHON. *Développement de microcapteurs chimiques à base de micropoutres dédiés au contrôle de la qualité de l’air*. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux I (2007).
- [28] S.TETIN. *Microcapteurs chimiques à base de micropoutres en silicium modifiées à l’aide de matériaux inorganiques microporeux*. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux I (2009).
- [29] C.VANCURA, M.RUEGG, Y.LI, D.LANGE, C.HAGLEITNER, O.BRAND, A.HIERLEMANN et H.BALTES. *Magnetically actuated CMOS resonant cantilever gas sensor for volatile organic compounds*. Article présenté lors de la 12^{ème} conférence internationale « Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems », pp1355-1358 (2003).
- [30] C.HAGLEITNER, A.HIERLEMANN, D.LANGE, A.KUMMER, N.KERNESS, O.BRAND, et H.BALTES. *Smart single-chip gas sensor microsystem*. Nature, Tome 414, pp 293-296 (2001).
- [31] J.YI et W.SHIH. *Effect of length width and mode on the mass detection sensitivity of piezoelectric unimorph cantilevers*. Journal of Applied Physics, Tome 91, pp 1680-1686 (2002).

- [32] C.BERGAUD et L.NICU. *Viscosity measurements based on experimental investigations of composite cantilever beam eigenfrequencies in viscous media*. Review of scientific instruments, tome 71, pp2487-2491 (Février 2002).
- [33] Z.DAVIS, G.ABADAL, O.KUHN, O.HANSEN, F.GREY et A.BOISEN. *Fabrication and characterization of nanoresonating devices for mass detection*. Journal of Vacuum Science and Technology B, Volume 18(2), pp. 612-616 (Mars 2000).
- [34] P.DATSKOS et I.SAUERS. *Detection of 2-mercaptoethanol using gold-coated micromachined cantilevers*. Sensors and Actuators B, tome 61, pp75-82 (1999).
- [35] G.ABADAL, Z.DAVIS, B.HELBO, X.BORISSE, R.RUIZ, A.BOISEN, F.CAMPABADAL, J.ESTEVE, E.FIGUERAS, F.PEREZ-MURANO et N.BARNIOL. *Electromechanical model of a resonating nano-cantilever-based sensor for high resolution and high-sensitivity mass detection*. Nanotechnology, tome 12, pp100-104 (2001).
- [36] A.BOISEN, J.THAYSEN, H.JENSENIUS et O.HANSEN. *Environmental sensors based on micromachined cantilevers with integrated read-out*. Ultramicroscopy, tome 82, pp11-16 (2000).
- [37] J.ADAMS, G.PARROTT, C.BAUER, T.SANT, L.MANNING, M.JONES, B.ROGERS, D.McCORKLE et T.FERRELL. *Nanowatt chemical vapour detection with a self-sensing piezoelectric microcantilever array*. Applied Physics Letters, tome 83(16) pp3428-3430 (2003).
- [38] M.P VIVARAT-PERRIN. *Guide d'achat : les mesures de debit*. Mesures n°755 – pp62-73 (Mai 2003)
- [39] B.CRETINON. *Hygromètres : guide de choix – étalonnage - utilisation*. Techniques de l'ingénieur. Référence R3048 (Mars 2004).
- [40] Site internet *Swagelok* : <http://www.swagelok.com>. Section : *Détendeurs de pression*. Consulté en novembre 2009.
- [41] Site internet *Swagelok* : <http://www.swagelok.com>. Section : *Vannes de régulation*. Consulté en novembre 2009.
- [42] Site internet *Asco*: <http://www.asconumatics.eu>. Section : *Technologie électrovannes et vannes*. Consulté en novembre 2009.
- [43] Site internet *Volta Electricité* : <http://www.volta-électricité.info/> . Rubrique : *Pneumatique hydraulique*. Section : *Electrovanne*. Page : *Animation d'une électrovanne assistée*. Consulté en novembre 2009.
- [44] Document GUM produit par le groupe de travail 1 du Comité Commun pour les guides en métrologie (JCGM/WG1). *Evaluation des données de mesure – Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure*. 1^{ère} édition – Septembre 2008.
- [45] J.E.SADER. *Frequency response of cantilever beams immersed in viscous fluids with applications to the atomic force microscope*. Journal of Applied Physics, tome 84, pp64-76 (1998).
- [46] A.MAALI, C.HURTH, R.BOISGARD, C.JAI, T.COHEN-BOUHACINA et J.P AIME. *Hydrodynamics of oscillating atomic force microscopy cantilevers in viscous fluids*. Journal of Applied Physics, tome 97, Issue 7 (2005).

- [47] S.CHAPMAN et T.G. COWLING. *The mathematical theory of non-uniform gases : an account of the kinetic theory of viscosity , thermal conduction and diffusion gases*. Cambridge University Press, Londres (1960).
- [48] R.B BIRD, W.E STEWART et E.N LIGHTFOOT. *Transport Phenomena*. John Wiley & Sons, New York (1960).
- [49] J.GOSSE. *Propriétés de transport des gaz à pression modérée*. Techniques de l'ingénieur. Référence K425 (Décembre 1991).
- [50] J.L LE GOËR et J.AVRIL. *Capteurs à jauges extensométriques*. Techniques de l'ingénieur. Référence R1860 (Avril 1992).
- [51] C.S.SMITH. *Piezoresistance effect in germanium and silicon*. Physical Reviews. Vol.94, no.1, pp42-49 (1954).
- [52] Y.A.CENGEL, M.A. BOLES et M.LACROIX. *Thermodynamique : une approche pragmatique*. Editions Broché, pp118-120. (Février 2009).
- [53] D.SONNTAG. *Vapor pressure formulations based on the ITS-90 ans psychrometer – Important new values of the physical constants of 1986*. Meteorologische Zeitschrift no.70, pp 340-344 (1990).

RESUME

Utilisation de micropoutres sans couche sensible en vibration pour la détection d'espèces gazeuses – Réalisation d'un réseau gaz pilotable.

Mémoire d'ingénieur C.N.A.M., Bordeaux 2010

Ce mémoire concerne l'étude et l'optimisation de l'instrumentation nécessaire à la caractérisation de micropoutres en silicium, de la famille des microsystèmes électromécaniques (MEMS), utilisées notamment pour la détection d'une grande variété d'analytes.

Afin de caractériser le comportement des micropoutres vis à vis d'un changement de propriétés physiques du fluide environnant, une première partie de cette étude concerne la réalisation d'un nouveau réseau gaz pilotable sous *LabVIEW*, qui permettra de générer un mélange de gaz, sous débit contrôlé, en définissant une concentration massique souhaitée d'un ou plusieurs constituants du mélange.

La deuxième partie concerne l'utilisation de ce réseau gaz et des micropoutres en silicium disponibles au Laboratoire IMS pour effectuer des détections chimiques en milieu gazeux. Le principe de la détection est essentiellement basé sur la dépendance de la masse volumique et de la viscosité des mélanges gazeux en fonction de la concentration des espèces.

Les mesures seront effectuées avec différents mélanges de gaz et de micropoutres et les résultats seront confrontés aux modèles analytiques existants.

Mots clefs : micropoutres, réseau gaz, concentration, débit, masse volumique, mélanges gazeux.

ABSTRACT

This report concerns study and optimization of the needed instrumentation for the characterization of silicon cantilevers, which are included in the family of the ElectroMechanical MicroSystems (MEMS), used notably for the detection of a lot of variety of analytes. In order to characterize the behaviour of cantilevers to a change of the physical properties of the surrounding media, the first part of this study concerns the realization of a new gas network pilotable under *LabVIEW*, which will allow to generate a gas mixture, under controlled flow, by defining a desired concentration of one or several constituents of the mixture. The second part concerns the use of this gas network and available silicon microcantilevers in the IMS Laboratory, to perform chemical detections in gaseous environment. The principle of detection is based on the dependency of both the density and the viscosity of gaseous mixtures, according to the concentration of analytes. Measurements will be performed with different gas mixtures and microcantilevers. The results will be confronted to the analytical models.

Key Words : microcantilevers, gas network, concentration, flow, density, gaseous mixtures.