



**HAL**  
open science

# Développement de capteurs et systèmes acoustiques pour des applications en milieux hostiles et pour la caractérisation de matériaux viscoélastiques

Jean-Yves Ferrandis

► **To cite this version:**

Jean-Yves Ferrandis. Développement de capteurs et systèmes acoustiques pour des applications en milieux hostiles et pour la caractérisation de matériaux viscoélastiques. Acoustique [physics.class-ph]. Université de Montpellier 2, 2014. tel-02065381

**HAL Id: tel-02065381**

**<https://hal.science/tel-02065381>**

Submitted on 28 Mar 2019

**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.

# **Habilitation à Diriger des Recherches**

## **Université Montpellier 2**

Ecole Doctorale : Information, Structure, Systèmes (I2S)

### **DEVELOPPEMENT DE CAPTEURS ET SYSTEMES ACOUSTIQUES POUR DES APPLICATIONS EN MILIEUX HOSTILES ET POUR LA CARACTERISATION DE MATERIAUX VISCOELASTIQUES**

Jean-Yves FERRANDIS

\*\*\*

Présentée le **23 Octobre 2014** devant le jury :

- Jean-Louis IZBICKI, Professeur des Universités, Université du Havre, Rapporteur
- Abdallah LYOUSSI, Professeur INSTN, CEA Cadarache, Rapporteur
- Pascal VAIRAC, Professeur des Universités, Institut FEMTO-ST, Rapporteur
  
- Gilles DESPAUX, Professeur des Universités, Université Montpellier 2, Examineur
- Alain GIANI, Professeur des Universités, Université Montpellier 2, Examineur
- Gérard LEVÈQUE, Professeur Émérite, Université Montpellier 2, Examineur
- Jean-Pierre NIKOLOVSKI, HDR, Centre de Micro Électronique de Provence, Examineur

\*\*\*



# Table des matières

---

<b>Qui suis-je ?</b> .....	<b>5</b>
Notice sur mes activités de recherche	
<b>1. Etat Civil et Situation Professionnelle</b> .....	<b>7</b>
<b>2. Diplômes et formations</b> .....	<b>7</b>
<b>3. Cœur de Métier</b> .....	<b>7</b>
<b>4. Bilan des activités de recherche</b> .....	<b>9</b>
<b>4.1 Production scientifique</b> .....	<b>9</b>
<b>4.2 Encadrement</b> .....	<b>11</b>
<b>4.3 Partenariat</b> .....	<b>12</b>
<b>4.4 Faits marquants</b> .....	<b>13</b>
<b>Qu'ai-je fait ?</b> .....	<b>17</b>
Détails de mes activités de recherche	
<b>1. Développement des techniques acoustiques innovantes en milieux hostiles</b> .....	<b>19</b>
<b>1.1 Capteur acoustique pour mesurer la pression et la composition d'un gaz enfermé dans un tube</b> .....	<b>19</b>
1.1.1 Introduction .....	19
1.1.2 Contexte .....	19
1.1.3 Historique des mesures sur les crayons à combustible jusqu'en 2002 .....	22
1.1.4 2002-2003 : première approche par des méthodes résonantes .....	24
1.1.5 2004-2007 : démonstration de la faisabilité de mesures de la pression et la composition dans un tube contenant un ressort .....	24
1.1.6 2008-2010 : validation de la mesure acoustique sur des crayons réels et comparaison aux méthodes de référence .....	35
1.1.7 2009- 2012 : optimisation des performances .....	38
1.1.8 Conclusion .....	43
<b>1.2 Capteur acoustique pour déterminer la composition des gaz de fission en réacteurs expérimentaux</b> .....	<b>44</b>
1.2.1 Introduction .....	44
1.2.2 Contexte .....	44
1.2.3 REMORA 3 : premier suivi en réacteur expérimental de la cinétique de relâchement des gaz de fission .....	49
1.2.4 Tenue sous irradiation de capteurs piézo-électriques .....	59
1.2.5 Développement d'un capteur spécifique et optimisation des mesures acoustiques en réacteurs expérimentaux .....	67
1.2.6 Conclusion .....	73
<b>2. Développement de capteurs et dispositifs acoustiques pour la caractérisation de matériaux viscoélastiques</b> .....	<b>75</b>
<b>2.1 Systèmes résonants pour la caractérisation viscoélastique de matériaux</b> .....	<b>75</b>
2.1.1 Introduction .....	75
2.1.2 Réponse électrique des capteurs .....	78
2.1.3 Détermination des équations électromécaniques et de l'impédance électrique .....	78
2.1.4 Transfert des impédances .....	80
2.1.5 Modélisation de l'impédance de la charge .....	82
2.1.6 Instrumentation associée .....	87
<b>2.2 Quelques exemples d'applications</b> .....	<b>88</b>
2.2.1 Caractérisation de liquides.....	88
2.2.2 Caractérisation de liants hydrauliques .....	89
2.2.3 Caractérisation de bitumes .....	93
2.2.4 Mesures locales des propriétés élastiques .....	94
2.2.5 Conclusion .....	95

<b>2.3 Application dans les domaines de la biologie et de l'agronomie</b> .....	96
2.3.1 Contexte.....	96
2.3.2 Contrôle de la maturité des fruits .....	98
2.3.3 Caractérisation large bande des propriétés viscoélastiques de matériaux : application à la caractérisation de miels .....	100
2.3.4 Investigation des propriétés mécaniques des muscles .....	108
2.3.5 Conclusion .....	114
<b>Que vais-je faire ?</b> .....	115
Mon projet de recherche	
1. Instrumentation Acoustique en milieux hostiles.....	117
2. Dispositifs de caractérisation de milieux biologiques.....	118
<b>Annexes</b> .....	121
ANNEXE 1 : Production Scientifique .....	123
ANNEXE 2 : Co-encadrement de thèses.....	137
ANNEXE 3 : Encadrement de stages .....	139
ANNEXE 4 : Partenariats.....	141
ANNEXE 5 : Références .....	143
ANNEXE 6 : Publications significatives .....	149

# *Qui suis-je ?*

---

Notice sur mes activités de recherche



## 1. Etat Civil et Situation Professionnelle

**Nom** : FERRANDIS

**Prénom** : Jean-Yves

**Date et lieu de Naissance** : 09 Septembre 1973 à Alès (Gard)

**Nationalité** : Française

**Situation familiale** : Vie maritale, deux enfants.

**Emploi** : Ingénieur de Recherche, 1ère Classe CNRS

- 2000 : Ingénieur de Recherche 2<sup>ème</sup> classe CNRS
- 2009 : Ingénieur de Recherche 1<sup>ère</sup> classe CNRS

**Unité d'affectation** : IES, *Institut d'Electronique du Sud*, UMR 5214 CNRS/UM2

**Institut CNRS** : INSIS, *Institut des Sciences de l'Ingénierie et des Systèmes*

## 2. Diplômes et formations

1991-1993 : Mathématiques Supérieures et Spéciales au Lycée A. Daudet (Nîmes)

1993-1996 : Diplôme d'Ingénieur, Génie Physique, CUST (Clermont-Ferrand)

1996 : DEA de Physique à l'Université Blaise Pascal Clermont-Ferrand 2

1997-2000 : Bourse BDI CNRS, LAIN UMR 5011 (Université Montpellier 2 / CNRS)

2000 : Doctorat " *Développement d'une technique acoustique en champ proche et application à la caractérisation de matériaux* ", Directeur J. Attal, Université Montpellier 2

2001 : Qualification aux fonctions de Maître de Conférences, 63<sup>ème</sup> section

2009 : Ingénieur de Recherche 1ère classe CNRS

## 3. Cœur de Métier

Si l'on se réfère à la fiche de l'emploi type de l'Ingénieur de recherche CNRS, BAP C (Sciences de l'Ingénieur et Instrumentation Scientifique), **l'Ingénieur en conception et développement en expérimentation** assure la conception, la mise en exploitation de dispositifs expérimentaux complexes et spécialisés.

Ses activités principales consistent à :

- étudier les besoins en relation avec les objectifs de recherche, évaluer et proposer les techniques et méthodes de mesure, de caractérisation ou d'observations adaptées,
- négocier le cahier des charges fonctionnelles et rédiger le cahier des charges techniques,
- conduire la consultation pour la réalisation du projet expérimental,

- organiser le suivi de la réalisation, valider et qualifier le dispositif ou la méthode à ses différentes étapes,
- piloter la réalisation des mesures, les interpréter et les valider pour leur exploitation scientifique,
- gérer l'ensemble des moyens humains, matériels et financiers alloués aux expériences,
- former et informer sur les principes et la mise en œuvre des dispositifs expérimentaux,
- exercer une veille sur les évolutions technologiques du domaine.

Il s'agit exactement de mon cœur de métier. Cependant dans mon cas particulier, je définis aussi au même titre que les chercheurs et enseignants-chercheurs de mon unité les objectifs scientifiques de différents projets de notre équipe. En ce sens je participe pleinement à la politique scientifique de l'équipe MICRO et du département Capteurs, Composant, Système auquel elle est rattachée.

Mes activités concernent la conception, le développement et la valorisation d'instrumentations scientifiques et de capteurs innovants pour des applications acoustiques. Cela implique des activités scientifiques mais aussi la gestion de projets et la valorisation des techniques développées.

Parmi l'ensemble des compétences requises pour le développement de tels systèmes complexes, mes spécialités sont :

- **le développement des techniques acoustiques innovantes en milieux hostiles**, notamment dans le domaine de la caractérisation de gaz de fission :
  - *la recherche de principes et méthodes de caractérisation,*
  - *la modélisation, la conception, la réalisation et le test de capteurs, avec une attention particulière au respect des contraintes liées à l'application en milieu hostile (notamment nucléaire), nécessitant la recherche de nouveaux matériaux et solutions de couplages acoustiques,*
  - *le développement de l'instrumentation des bancs de mesures (programmation de l'interfaçage de contrôle commande, choix des équipements adéquats,...).*
- **l'investigation de milieux viscoélastiques par des techniques rhéo-acoustiques**, dans le domaine de la matière molle, avec des orientations dans les domaines biologiques.
  - *l'étude du couplage onde acoustique - matière pour la caractérisation des propriétés dynamiques de matériaux viscoélastiques et la modélisation des phénomènes physiques notamment à l'interface sonde - milieu*
  - *la modélisation, la conception, la réalisation et le test de capteurs, notamment des systèmes résonants basse fréquence,*
  - *la caractérisation locale des propriétés rhéologiques.*

Le point commun entre ces deux axes réside dans l'approche commune de **la mesure par le biais d'une impédance électrique**, caractéristique de la grandeur à mesurer que ce soit la masse molaire d'un mélange gazeux à 4 MHz, ou les modules de cisaillement de miels à 50 kHz. Les compétences que j'ai pu développer notamment au travers de mes activités de recherche peuvent se résumer par les deux séries de mots-clefs ci dessous :

- **Instrumentation nucléaire ; Mesure de la pression et la composition de gaz ; Evaluation non destructive en milieu hostile ; Relâchement de gaz de fission Matériaux piézo-électriques sous flux ; Caractérisation en milieu hostile.**
- **Propriétés viscoélastiques ; Capteurs résonants ; Spectroscopie ultrasonore résonante ; Test non destructif ; Rhéo-acoustique ; Propagation ultrasonore.**

## 4. Bilan des activités de recherche

Mes activités de recherche étant détaillées dans le prochain chapitre, ce paragraphe a pour but unique de dresser un bilan chiffré de celles-ci et d'en présenter les faits marquants.

### 4.1 Production scientifique

Au cours de mes activités de recherche, j'ai publié dans divers journaux, conférences, workshops et symposium. La liste des 103 productions dont je suis co-auteurs est fournie en fin de ce manuscrit (Annexe 1). La liste des publications de rang A (au sens de l'AERES) est principalement extraite du site "Isi Web of Knowledge - Thomson Reuters" (<http://apps.webofknowledge.com/>). Le tableau suivant donne une vue d'ensemble de ma production scientifique, suivant le classement proposé par l'AERES.

<i>Type de communication</i>	<i>Nombre de communications</i>
ACL	32
OS	2
BRE	2
<b>Total Rang A :</b>	<b>36</b>
ACLN	1
ASCL	1
ACTI	29
ACTN	13
COM	15
AFF	19
<b>Total :</b>	<b>114</b>

**Tableau I : Récapitulatif de la production scientifique suivant la classification AERES, au 31.12.2013.**

La nomenclature adoptée pour la classification est la suivante :

**ACL** : Articles dans des revues internationales ou nationales avec comité de lecture répertoriées par l'AERES ou dans les bases de données internationales (ISI Web of Knowledge, Pub Med...).

**OS** : Ouvrages scientifiques (ou chapitres de ces ouvrages).

**BRE** : Brevet

**ACLN** : Articles dans des revues avec comité de lecture non répertoriées dans des bases de données internationales.

**ASCL** : Articles dans des revues sans comité de lecture.

**ACTI** : Communications avec actes dans un congrès international.

**ACTN** : Communications avec actes dans un congrès national.

**COM** : Communications orales sans actes dans un congrès international ou national.

**AFF** : Communications par affiche dans un congrès international ou national.

Notons principalement 36 publications de rang A (32 ACL, 2 OS, 2 BRE), correspondant à des publications avec une forte visibilité dans la communauté et 29 communications orales avec actes dans des congrès internationaux (ACTI). Les figures 1 et 2 représentent l'évolution du nombre de ces deux productions ainsi que leur nombre par année.

Les communications entre les années 1998 et 2000 concernent les activités de recherche de ma thèse. La période de 2001-2002 est une période de transition à la suite de ma prise de fonction correspondant à la mise en place de nouveaux projets de recherche. A partir de 2003, un rythme de publication s'est établi autour de 5 par an, réparties entre publications de rang A et communications orales dans des congrès internationaux. Il faut ajouter à cette liste, 47 autres communications moins sélectives avec un impact modéré pour la communauté. Cependant, ce type de communication reste incontournable pour tisser et entretenir des liens dans son domaine d'activité.

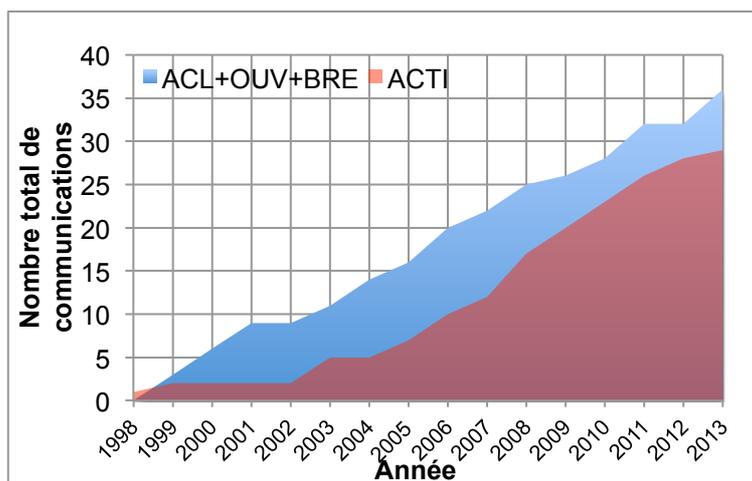


Figure 1 : Evolution de la production scientifique de 1998 à 2012

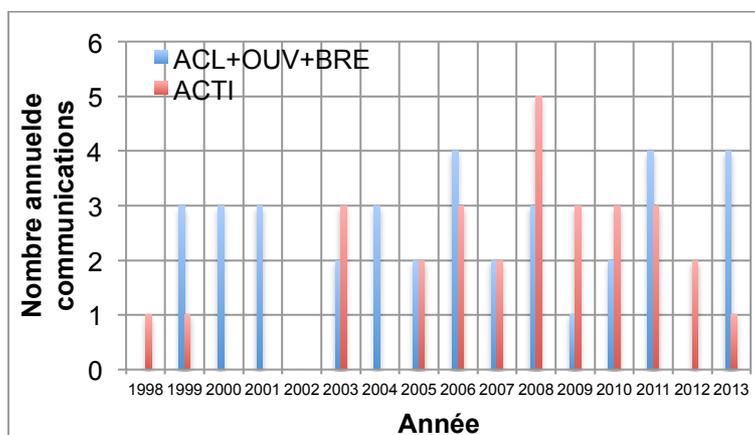


Figure 2 : Nombre de publications et communications par an entre 1998 et 2012

Si l'on regarde les nouveaux critères d'évaluation de la production scientifique, le site "Isi Web of Knowledge" évalue un **h-index égal à 5** et fournit la liste suivante de mes 5 publications les plus citées.

Citations	Année	Publication
17	2000	G. Leveque, JY. Ferrandis, J. Van Est, B. Cros, An acoustic sensor for simultaneous density and viscosity measurements in liquids, <i>Rev. Sci. Instrum.</i> , 71(3), (2000),1433-1440
12	2003	M. Valente, JY Ferrandis, Evaluation of textural properties of mango tissue by a near-field acoustic method, <i>Postharvest Biol. Technol.</i> , 29(2), (2003), 219-228
7	2008	J. Gasparoux, D. Laux, JY Ferrandis, J. Attal, Ph Tordjeman, Large frequency bands viscoelastic properties of honey, <i>J. Non-Newtonian Fluid Mech.</i> , 153(1), (2008), 46-52
7	1999	H. Nounah, JY. Ferrandis, B.Cros, G.Leveque, A.Moudden, Acoustic near field process for the characterization of non-miscible liquids, <i>Sens. Actuators B Chem.</i> , 59(1), (1999), 48-53
5	2003	JY. Ferrandis, G. Leveque, In situ measurement of elastic properties of cement by an ultrasonic resonant sensor, <i>Cem. Concr. Res.</i> , 33(8), (2003), 1183-1187

Tableau II : Liste des publications les plus citées (selon Isi Web of Knowledge)

Le tableau suivant présente de façon thématique les revues internationales ou nationales avec comité de lecture de rang A dans lesquels j'ai publié mes activités de recherche, leur numéro ISSN, leur dernier impact factor et le nombre de publications.

Journal	ISSN	Impact Factor (2012)	Nombre de publication (ACL)
REV SCI INSTRUM	0034-6748	1,602	3
SENSOR ACTUAT A-PHYS	0924-4247	1,841	2
SENSOR ACTUAT B-CHEM	00925-4005	3,535	4
EUR PHYS J-APPL PHYS	1286-0042	0,710	2
ULTRASONICS	0041-624X	2,028	3
IEEE T NUCL SCI	0018-9499	1,220	3
NUCL INSTRM METH A	0168-9002	1,142	1
POST HARVEST BIOL TEC	0925-5214	2,454	1
CEMENT CONCRETE RES	0008-8846	3,112	1
MAT SCI ENGI C	0928-4931	2,404	1
APPL CLAY SCI	0169-1317	2,342	1
DESALINATION	0011-9164	3,041	2
POWDER TECHNOLOGY	0032-5910	2,024	1
J NON-NEWTON FLUID	0377-0257	1,567	2
DESAL. WATER TREATMENT	0032-5910	0,852	1
REV METALL-PARIS	0035-1563	0,07	2
FOOD BIOPHYSICS	1557-1858	1,642	1
J. FOOD ENGINEERING	0260-8774	2,276	1

**Tableau III : liste et impact factor des revues de rang A.**

Nous pouvons noter une grande disparité dans les domaines de publication. Sur les 16 revues, 4 sont des revues d'instrumentation et capteurs, 1 revue est purement du domaine de l'acoustique, les autres étant des revues dont le domaine concerne l'application de nos techniques. Cette remarque est identique en ce qui concerne l'ensemble des autres communications. Cela est représentatif de la pluridisciplinarité et de la transversalité de mes travaux : nous concevons et développons des capteurs pour une application. Tantôt, cette application sera à l'origine du capteur suite à une demande spécifique d'un partenaire (pilotage par l'aval), tantôt l'application apparaîtra après le développement. Nous reviendrons sur ces aspects de mes activités de recherche dans la seconde partie de ce document.

## **4.2 Encadrement**

Une partie de mes activités de recherche a été réalisé dans le cadre du co-encadrement de 8 doctorants et de plus de 30 stagiaires en projet, stage de Master 1, Master 2, stage d'IUT, stage d'écoles d'ingénieur (la liste complète est fournie en annexe 3). Le tableau ci-dessous présente les doctorants avec lesquels j'ai pu travailler et publier, leur directeur de thèse, les années de début et fin de thèse et mon taux d'encadrement, reflétant mon degré d'implication dans leurs travaux.

<b>NOM Prénom</b>	<b>Directeur</b>	<b>de ... à...</b>	<b>Taux d'encadrement</b>
RGUITI Mohamed	J. Attal	1999/2002	40 %
REBOUL Jean Remy	J. Bonnet	2003/2006	30 %
SIMONNET Johan	G. Levèque	2003/2006	30 %
GASPAROUX Jennifer	P. Tordjeman	2004/2007	20 %
ROSENKRANTZ Eric	G. Levèque	2004/2007	40 %
CERESER CAMARA Vivian	G.Despaux	2007/2010	40 %
BLASCO Hugues	G.Despaux	2007/2010	50 %
VERY Florian	P. Combette	2012/2015	50 %

**Tableau IV: Récapitulatif des co-encadrements de doctorants**

### **4.3 Partenariat**

Mes activités de recherche ont majoritairement été conduites dans le cadre de partenariats institutionnels ou industriels. La liste complète est fournie en annexe 4. Nous pouvons noter 6 collaborations institutionnelles qui comme nous le verrons dans le chapitre suivant, nous ont permis de travailler dans des domaines prospectifs. C'est par ce biais notamment que nous avons pu lancer dans notre équipe des travaux dans le domaine du vivant et une thématique sur le développement de systèmes acoustiques pour la caractérisation de matériaux biologiques.

J'ai aussi co-assuré puis assuré la gestion de plus de vingt partenariats industriels que j'ai pu nouer à travers divers contrats de collaboration. Certains de ces partenariats, très enrichissants, perdurent depuis 2002. Ils sont le signe d'une forte reconnaissance de nos partenaires. Treize de ces partenariats sont des collaborations de recherche qui nous permettent de réaliser des travaux de développement, six des prestations de service qui valorisent ces travaux et notre expertise. Un accord de coopération technique avec une société nîmoise a aussi été réalisé avec le soutien de la région Languedoc-Roussillon. Cela a conduit à la rédaction de plus de 70 rapports scientifiques ou notes techniques.

Une grande partie de mes activités de recherche depuis 2001 se déroule dans le cadre d'un partenariat privilégié avec EDF et le CEA (16 sur les 23 partenariats industriels). Il s'agit du développement de capteurs et systèmes acoustiques pour des applications en milieu hostile notamment nucléaire. Le tableau suivant fournit des informations (durée, montant, contacts, sujet) sur ces collaborations et atteste de l'importance du soutien de ces deux partenaires.

<b>Projet</b>	<b>Partenaires</b>	<b>Date Durée /Montant</b>
Faisabilité d'une mesure de pression par microacoustique	<i>CEA Cadarache</i>	01/2001-01/2002 1 an / 33,5 k€ HT
Pré-étude sur les mesures non destructives de la pression interne dans les crayons combustibles	<i>EDF R&amp;D</i>	09/2001-09/2002 1 an / 28 k€ HT
Mesure de pression par microacoustique	<i>CEA Saclay</i>	09/2002-09/2005 1 an / 152,5 k€ HT
Mise en œuvre d'une méthode acoustique pour la mesure de pression dans des tubes	<i>EDF R&amp;D</i>	10/2004-10/2007 1 an / 197,5 k€ HT
Développement d'une mesure acoustique de relâchement des gaz de fission	<i>CEA Saclay</i>	01/2006-01/2009 1 an / 150 k€ HT
Vérification de la faisabilité de la technique acoustique de mesure de pression et de composition de mélanges gazeux en « laboratoire chaud »	<i>CEA Cadarache</i>	02/2008-02/2009 1 an / 12 k€ HT

Réalisation des mesures acoustiques de l'expérience REMORA3	CEA Saclay	09/2008-12/2010 2 ans / 205,5 k€ HT
Optimisation et extension des mesures acoustiques dans les réacteurs expérimentaux	CEA Saclay	01/2009-12/2011 3 ans / 130 k€ HT
Avenant n°1 Vérification de la faisabilité de la technique acoustique de mesure de pression et de composition de mélanges gazeux en « laboratoire chaud »,	CEA Cadarache	02/2009-02/2010 1 an / 20 k€ HT
Etudes de sensibilité et de validation par l'IES, de capteurs acoustiques industriels mis au point par le Laboratoire	EDF Septen	07/2009-07/2010 1 an / 19,9 k€ HT
Réalisation des mesures acoustiques dans le cadre des essais sur la maquette thermique REMORA3	CEA Saclay	12/2010-12/2011 1 an / 21 k€ HT
Optimisation de Capteurs industriels	EDF Septen	03/2011-03/2012 1 an / 19,5 k€ HT
Avenant n°1 Optimisation et extension des mesures acoustiques dans les réacteurs expérimentaux	CEA Cadarache	01/2011-12/2012 1 an / 0 k€ HT
Avenant n°2 Optimisation et extension des mesures acoustiques dans les réacteurs expérimentaux	CEA Cadarache	01/2012-12/2013 1 an / 0 k€ HT
Optimisation des mesures acoustiques dans les réacteurs expérimentaux : Extension du domaine de fonctionnement	CEA Cadarache	10/2012-12/2015 3 ans / 220 k€ HT
Amélioration de la méthode acoustique pour des applications R&D industrielle	EDF Septen	07/2013-12/2014 1an1/2 / 27,5 k€ HT

**Tableau V : Partenariats depuis 2001 avec EDF et le CEA**

#### **4.4 Faits marquants**

Pour conclure cette première partie, il me parait intéressant de préciser quelques faits marquants qui ont parsemé mes activités de recherche depuis 2000. Nous reviendrons sur chacun de ces points dans le second chapitre.

**- 2006 : Réalisation d'une campagne de mesures en réacteur expérimental visant à s'assurer de la tenue des éléments piézo-électriques sous flux neutroniques.** Cette campagne a eu lieu de Février à Juillet 2006 dans le réacteur expérimental BR1 du SCK à Mol (Belgique). Après 150 jours d'irradiations, sous un flux que nous considérerons, quelques années plus tard de modéré, les éléments sont encore en état de fonctionner.



**Figure 3 : Porte échantillon et câblage des 19 voies pour le placement dans le canal du réacteur [RAP13]**

Le succès de cette étape, qui constituait un point d'arrêt pour le CEA, a été déterminant pour la poursuite de notre partenariat concernant le développement d'instrumentation en réacteurs expérimentaux. Nous avons validé la tenue des éléments constitutifs dans des conditions hostiles, il était temps de s'intéresser au capteur.

- **2007 : Démonstration de la faisabilité de la mesure de la pression et la composition de gaz dans un tube REP contenant un ressort (Thèse d'E. Rosenkrantz).** Les derniers verrous ont été levés en analysant les résonances du gaz dans le crayon, en assurant un couplage optimal entre le transducteur piezo-électrique et la gaine, en choisissant une gamme de fréquence permettant le transfert d'énergie et en développant un traitement de signal pour séparer la faible réponse du gaz des multiples résonances du crayon.

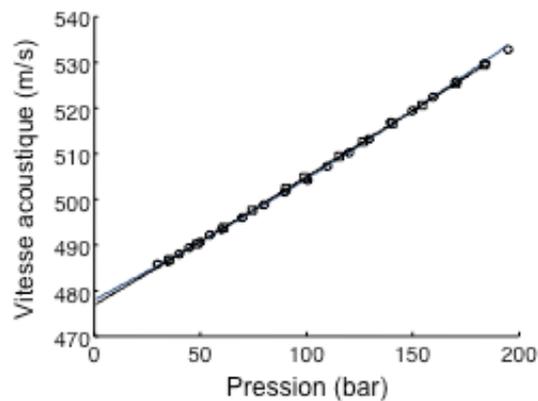


Figure 4 : Vitesse acoustique mesurée en fonction de la pression des crayons de simulation sans (O) et avec ressort (□) pour un mélange d'He 60% - Ar 40%. [THES5]

Un brevet (UM2/CNRS/EDF) a ensuite été déposé, puis une validation sur 8 crayons réels dans une cellule chaude du LECA-STAR (CEA-Cadarache), nous conduisant à discuter actuellement de l'industrialisation des capteurs.

- **2010 : Estimation de l'élasticité de petits échantillons biologiques discriminant les diaphragmes de souris saines de ceux des souris pathologiques à partir de mesures d'atténuation acoustique.** Ces travaux s'inscrivaient dans le cadre d'une collaboration avec l'équipe Muscle et Pathologie (INSERM-UM1) pour apporter une meilleure compréhension des propriétés mécaniques du muscle, notamment lors de pathologie de type Myopathie de Duchenne.

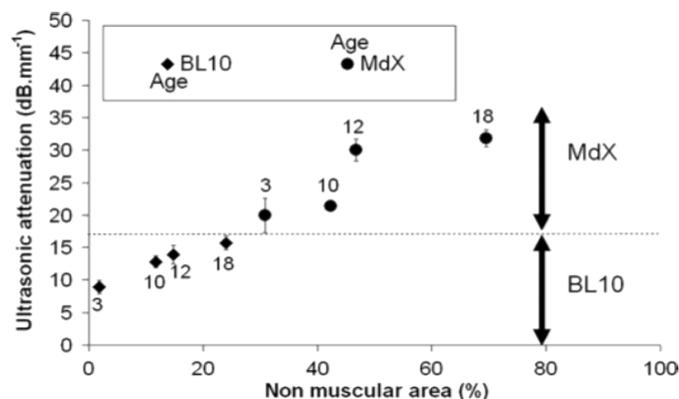
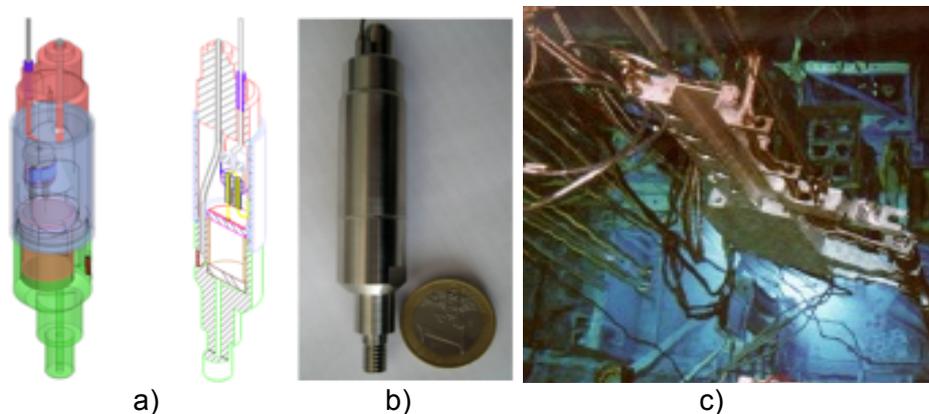


Figure 5 : Atténuation ultrasonore liée au pourcentage d'aire non musculaire pour différents lots de souris saines (BL10) et pathologiques (MdX) âgées de 3 à 18 mois [ASCL25]

Ces premiers résultats concrétisaient le souhait d'orienter une partie des activités de mon équipe dans le développement d'instrumentation acoustique dédiée à la caractérisation de matériaux du domaine du vivant.

**- 2011 : Premier suivi mondial de la cinétique du relâchement de gaz de fission en réacteur nucléaire expérimental dans le cadre de l'expérience REMORA3.** L'expérience REMORA 3 consiste à ré-irradier dans un dispositif expérimental d'OSIRIS (dispositif GRIFFONOS) un tronçon de combustible MOX à fort taux de combustion. Nous avons instrumenté ce crayon expérimental avec un capteur acoustique destiné à réaliser la mesure en ligne en temps réel du relâchement des gaz de fission dans un crayon combustible sous irradiation. Cette mesure innovante qui vise à améliorer la connaissance du comportement du combustible nucléaire revêt un très fort intérêt pour le CEA. Cette technique a été implantée en 2010 sur le crayon REMORA3. Son irradiation dans OSIRIS, a constitué la première application de la mesure acoustique lors d'une expérience sur crayon combustible.



**Figure 6 : a) schéma et b) photo du capteur acoustique breveté (UM2/CNRS/CEA) utilisé lors de l'expérience REMORA3 sur c) le dispositif GRIFFONOS dans le réacteur OSIRIS (CEA Saclay).**



# Qu'ai-je fait ?

---

Détails de mes activités de recherche

Le second chapitre de ce manuscrit présente la synthèse de mes activités de recherche depuis mon recrutement en 2000 en qualité d'Ingénieur de Recherche CNRS. Pour chacune des activités, je présenterai le contexte dans lequel les travaux ont été menés, puis quelques résultats importants en m'attachant à présenter les verrous scientifiques levés, les moyens mis en œuvre pour les dépasser. J'ai aussi essayé de montrer la cohérence, la continuité et l'imbrication des différentes actions. Les perspectives de recherche seront présentées dans le dernier chapitre.

Mes travaux de recherche s'articulent autour des deux grands thèmes :

- **le développement des techniques acoustiques innovantes pour la caractérisation de gaz en milieux hostiles**, avec deux applications ciblées dans le domaine du nucléaire
- **le développement de capteurs et dispositifs acoustiques pour la caractérisation de matériaux viscoélastiques** dans la continuité de mes travaux de thèse.



# 1. Développement des techniques acoustiques innovantes en milieux hostiles

## 1.1 Capteur acoustique pour mesurer la pression et la composition d'un gaz enfermé dans un tube

### 1.1.1 Introduction

Les compétences en microacoustique de notre équipe ont conduit EDF à nous proposer de collaborer pour caractériser les gaz de fission des tubes combustibles des centrales nucléaires. Le challenge était osé et il nous a fallu, au cours de ces dix dernières années utiliser tout notre savoir faire scientifique et technique pour y répondre positivement : étude théorique de la propagation des ondes acoustiques dans des cavités, conception et réalisation de capteurs, métrologie des gaz, instrumentation haute résolution, traitement de signal, ...

Dans cette section, après avoir présenté le contexte général des travaux et l'état de l'art de notre équipe avant que je reprenne cette thématique, je montrerai comment en une dizaine d'années nous sommes passés du concept de mesure à un capteur utilisable sur site. Seules les grandes lignes de ce projet seront présentées. Il conviendra de se référer aux nombreuses références pour avoir les détails des travaux.

### 1.1.2 Contexte [ASCL1, THES5]

E. Rosenkrantz dresse dans son manuscrit de thèse, le contexte dans lequel les travaux vont avoir lieu.

#### - Vers une meilleure utilisation du combustible nucléaire

Une centrale est constituée de plusieurs unités de production ou tranches de puissance caractéristique, de 900 MWe, 1300 ou 1400 MWe. Actuellement on effectue un arrêt de tranche par an pour remplacer un quart du combustible (Figure 7). Dans l'optique d'accroître la productivité des centrales, on a commencé à mettre en œuvre des cycles de 18 mois avec une gestion par tiers de cœur.

Pour gérer le combustible, on utilise une grandeur énergétique représentant son niveau d'utilisation : *le taux de combustion*. Il correspond à l'intégrale dans le temps de la puissance générée par unité de masse d'atomes métalliques, et s'exprime en mégawatt jour par tonne d'atomes métalliques  $MWj/tM$ . Chaque arrêt de tranche coûte en moyenne 4,5 M€ et une augmentation du taux de combustion de 20% permettrait de réaliser une économie annuelle de 45 M€ sur les 50 réacteurs arrêtés chaque année. Mais au final, ce seront aussi 20% de déchets en moins chaque année. Il est prévu d'augmenter le taux de combustion (au moment du déchargement) et de recycler le plutonium dans les réacteurs de IV<sup>e</sup> génération [REF1, REF2] pour diminuer la consommation des ressources naturelles, réduire la production de déchets et accroître de façon significative la rentabilité des centrales. En 1974, le taux de combustion pour lequel on effectuait le remplacement du combustible était de 33  $GWj/tM$ . Aujourd'hui, il est de 52  $GWj/tM$ . L'objectif est de le porter à 60  $GWj/tM$ , puis ultérieurement à 70  $GWj/tM$ , soit une augmentation de 34%. Cela signifie que le combustible resterait 6 ans en service contre 4 actuellement.

Jusqu'où peut-on aller dans cette voie et quel est le facteur limitatif de cette augmentation du taux de combustion ? La réponse provient du comportement du crayon à combustible en réacteur et de la connaissance de l'atmosphère interne (pression et composition des gaz de fission) des crayons combustibles.



**Figure 7 : Rechargement d'un réacteur REP durant un arrêt de tranche, la cuve du réacteur est noyée pour protéger le personnel des radiations**

#### **- Relâchement des gaz de fission dans les crayons [REF3]**

Au cours de l'irradiation, des fissions se produisent, libérant des produits solides, gazeux et volatils. Ceux-ci se distribuent dans la céramique combustible en fonction de leurs affinités chimiques (mise en solution solide, précipités céramiques ou métalliques, gaz), entraînant un gonflement global des pastilles et une augmentation de la pression interne des crayons. Environ 30% des produits de fission sont des espèces gazeuses nobles : xénon, krypton et hélium.

En fonctionnement normal, seul un faible pourcentage de ces espèces gazeuses est relâché vers les volumes libres, mais cette grandeur est très fortement variable. En effet, le relâchement gazeux est un phénomène complexe propre à chaque crayon, très fortement corrélé à l'historique thermique de chacun d'eux. Il dépend de la position du crayon au sein de l'assemblage et du cœur du réacteur, du type de combustible utilisé, de l'enrichissement, de la teneur initiale en matière fissile et de la technologie du réacteur.

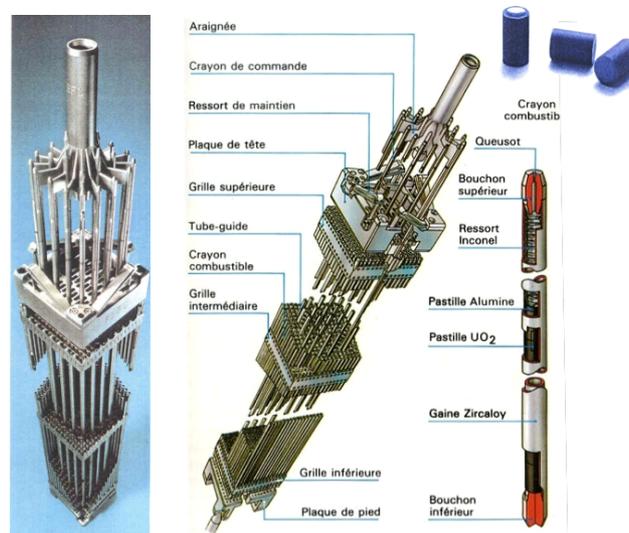
Le relâchement gazeux, combiné à la réduction de moitié environ des volumes libres disponibles, conduit à l'augmentation de la pression interne du crayon avec le taux de combustion. La pression interne du crayon croît donc avec le taux de combustion, pouvant atteindre jusqu'à 100 bars à température ambiante. L'hélium initial, 15 à 30 bars introduit lors de la fabrication du crayon, est progressivement remplacé par le mélange He/Xe/Kr. La proportion de xénon peut parfois atteindre 50% en fin d'irradiation. Le rapport xénon/krypton dépend du type de fissions mises en œuvre,  $^{235}\text{U}$ ,  $^{239}\text{Pu}$ ,  $^{241}\text{Pu}$ , car leurs rendements de fission diffèrent. Ce rapport, après un cycle d'irradiation, est d'environ 10 pour l' $\text{UO}_2$  et 17 pour le combustible MOX.

#### **- Utilité d'un capteur non destructif pour mesurer la composition et la pression des gaz de fission**

Dans une centrale nucléaire à eau pressurisée, REP, le combustible est conditionné sous forme de pastilles céramiques cylindriques. Ces pastilles sont empilées dans un tube métallique en zircalloy 4 ou M5 (alliage de zirconium et d'étain), appelé crayon (Figure 8), d'une longueur de 4 m ou 4,5 m selon le réacteur, et d'un diamètre extérieur de 9.5 mm. Dans les réacteurs à eau légère, cette structure est appelée « crayon combustible ». Ces crayons sont assemblés en un faisceau carré, pour constituer l'assemblage combustible. Le nombre d'assemblages détermine la puissance d'un réacteur (157 pour une tranche de 900 MWe, 193 pour une tranche de 1300 MWe, 214 pour une tranche de 1400 MWe).

Le crayon combustible bouché aux deux extrémités est initialement pressurisé avec un gaz neutre, l'hélium, pour favoriser les transferts thermiques et équilibrer partiellement la pression externe du liquide réfrigérant (155 bars). Un volume libre, nommé plenum, est ménagé dans le crayon combustible au dessus de la colonne combustible pour accommoder la déformation axiale de cette colonne (dilatation et gonflement) et la fraction de produits de fission gazeux ou volatils, relâchés par le combustible. Un ressort en inconel est placé dans cette partie de la gaine pour maintenir la colonne de combustible, essentiellement pendant les phases de manutention et de transport. La connaissance de l'évolution du mélange gazeux, composition et pression, dans les crayons combustibles est un élément important pour leur conception afin de garantir à tout instant leur intégrité aussi bien pendant l'irradiation que lors de leur entreposage.

Les crayons sont conçus pour respecter les critères de sûreté durant toute leur vie en réacteur, dans les modes de fonctionnement les plus sévères. Un des critères à respecter est que la pression interne du crayon en fonctionnement ne dépasse pas celle du circuit primaire, c'est-à-dire 155 bars. Ce critère vise à garantir l'intégrité de la gaine, première barrière de sûreté vis-à-vis de l'environnement.



**Figure 8 : Représentation d'un assemblage et d'un crayon à combustible**

Jusqu'à présent, pour prédire l'évolution des crayons dans le réacteur, EDF utilise un logiciel de simulation thermomécanique CYRANO3 [REF4, REF5] (anagramme de crayon). Ce logiciel est basé sur des données obtenues à partir de **contrôles destructifs**, effectués dans des laboratoires spécialisés, sur quelques crayons prélevés en réacteurs. C'est par perçage et double détente dans des volumes calibrés qu'on obtient avec précision la pression. La composition des gaz de fission est obtenue par chromatographie. Ce perçage est effectué en « cellules chaudes », laboratoires dédiés aux mesures sur les matériaux et structures radioactifs (essentiellement pour les combustibles français au CEA et à TUI<sup>1</sup>). Les crayons destinés à ces examens sont peu nombreux (seulement une centaine ont été percés depuis 1974) car ils sortent du cycle de gestion des déchets habituels et demandent des traitements particuliers et coûteux.

Une mesure systématique in situ non destructive de la pression, corrélée à celle de la composition des gaz relâchés, décuplerait les données de base du logiciel CYRANO3. Cela permettrait d'avoir une approche statistique plus complète de la pression des crayons et ainsi de mieux évaluer la marge vis-à-vis des critères de sûreté. **Ceci pourrait être**

<sup>1</sup> TransUranium Institute : laboratoire européen dédié aux mesures sur combustible nucléaire situé à Karlsruhe en Allemagne.

**finalement une aide précieuse pour la décision du rechargement ou non des assemblages les plus épuisés.**

Par ailleurs, certains assemblages qui contiennent des crayons défectueux doivent être retirés. Les crayons fissurés sont actuellement détectés par courants de Foucault dans la gaine. La mesure de la pression permettrait aussi de **détecter les crayons défailants** dans un assemblage, et ainsi de permettre leur extraction avant rechargement.

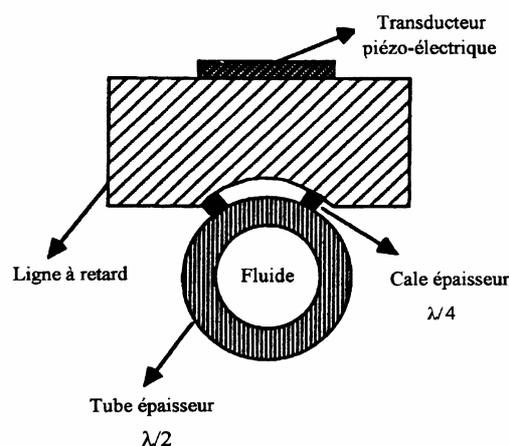
L'évolution de l'hélium dans les volumes libres des crayons combustibles entreposés, nécessite une validation des modèles. En effet, la pression des crayons entreposés continue à croître du fait de la décroissance alpha des noyaux transuraniens, particulièrement pour les MOX. **Un tel dispositif permet donc aussi d'envisager le suivi de la pression des crayons combustibles pendant l'entreposage.**

Nous voyons donc trois applications potentielles d'une mesure non destructive de la pression et la composition dans les crayons combustibles. Toutes ces mesures sont envisagées au conditionnel car, malgré l'intérêt porté par l'industrie nucléaire à ce sujet il n'existe toujours pas de dispositif de mesure de pression et de composition des gaz de fission non destructif fiable [REF6, REF7, REF8, REF9, REF10].

### **1.1.3 Historique des mesures sur les crayons à combustible jusqu'en 2002**

Le projet présenté dans ce manuscrit s'inscrit dans la continuité de travaux précédemment réalisés aux LAIN (UMR5011 UM2 - CNRS dont l'équipe Acoustique est devenue l'équipe MIRA de l'IES qui a elle même intégré le groupe MICRO en janvier 2014) en collaboration avec EDF. Une première thèse réalisée par J.P Marco [REF11], a démontré la faisabilité d'effectuer les mesures acoustiques sur les gaz de fission. L'auteur montre l'existence de mode de résonance propre au gaz. Il étudie le champ acoustique diffusé par un tube rempli d'un gaz sous pression et insonné par une onde plane. Il met en évidence l'intérêt de travailler à incidence normale avec des capteurs focalisés (Figure 9).

Expérimentalement, la mesure du coefficient de réflexion avec un analyseur de réseau a permis d'introduire le concept de « boucles et bouclettes » qui sera repris plus tard dans ce document. Le premier terme se rapporte aux résonances du système, fonction lentement variable de la fréquence, le second à celles du gaz, fonction rapidement variable de la fréquence (Figure 10).



**Figure 9 : Schéma de principe d'un capteur ultrasonore focalisé avec une couche d'adaptation d'eau d'épaisseur égale à  $\lambda/4$  [REF12]**

Les mesures ont mis en évidence la relation entre l'amplitude des bouclettes ou des échos avec la pression et donc la possibilité de la mesurer. Cependant, plusieurs points de blocages sont apparus. A l'issue de ce travail, il n'existait pas de méthode pour traiter de façon pertinente les spectres et les échogrammes (Figure 10). De plus, l'utilisation du coefficient de réflexion conduisit à se méprendre sur le choix de l'épaisseur d'eau (quart d'onde) assurant un transfert de puissance au gaz optimal. Néanmoins, le caractère innovant de ce travail permit le dépôt d'un brevet (FR2739925). Une seconde thèse, effectuée par M.F Narbey [REF12] a traité en plus de la mesure de pression, celle de la proportion des gaz de fission. Les capteurs focalisés à l'aide d'une lentille ont été abandonnés au profit de capteurs en forme de tuiles. C'est cette forme de transducteur que nous avons continué à utiliser.

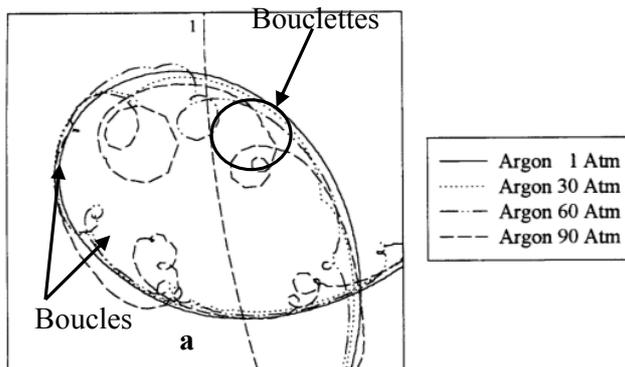


Figure VI-18: Réponse d'un capteur sur un tube pressurisé

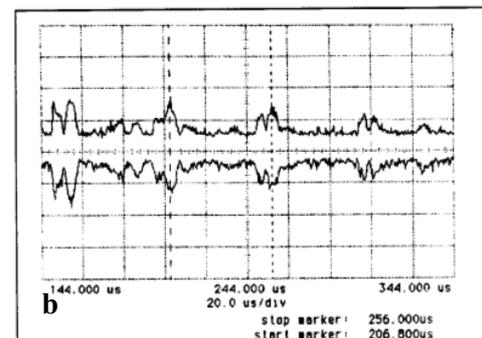


Figure 10. a) Mesure du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence. b) Echogramme [REF12]

Un système de vis micrométrique permettait de régler la couche d'eau optimale pour le couplage. Cependant aucun travail théorique ne fut réalisé sur la propagation des ondes cylindriques et sur l'optimisation des capteurs. Le dispositif de réglage rendait le système de mesures encombrant.

Les données expérimentales étaient toutes traitées à partir des échogrammes. L'amplitude des échos est reliée à la pression mais leur forme rend cette grandeur difficilement exploitable car trop sensible au bruit et aux moindres changements dans le couplage acoustique entre le transducteur et le gaz.

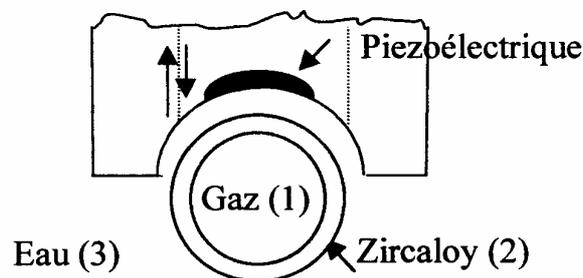


Figure 11. Principe du capteur en forme de tuile [REF13]

Le concept de la mesure de la composition fut énoncé. La composition peut être déterminée à partir de la célérité (obtenue par la mesure du temps de vol sur les échogrammes) [REF13]. L'expression de la célérité d'une onde acoustique dans le mélange de gaz Helium-Xénon considéré comme gaz parfait, où  $\gamma = 5/3$ , est donnée par :

$$c = \sqrt{\frac{\gamma RT}{M}} \quad (1)$$

$$\text{avec } \begin{cases} \gamma = \frac{C_p}{C_v} : \text{rapport des chaleurs spécifiques} \\ R = 8,314 \text{ J}\cdot\text{K}^{-1}\cdot\text{mol}^{-1} : \text{constante des gaz parfaits} \\ T : \text{température en K} \\ M : \text{masse molaire} \end{cases}$$

Donc, en connaissant la masse molaire,  $M = xM_{Xe} + (1-x)M_{He}$ , on déduit la proportion de xénon  $x$ . Cependant, l'utilisation de la formule des gaz parfaits conduit à commettre une erreur sur la mesure de la composition (pour un mélange avec une proportion en xénon voisine de 10%) atteignant 10% à 200 bars. Pour compenser cette erreur, il est nécessaire de connaître l'équation d'état des mélanges gazeux d'hélium/xénon. M.F. Narbey proposa une solution à partir de l'utilisation du développement du Viriel [REF14]. Cependant, cette méthode demande d'effectuer des mesures à différentes températures ce qui ne peut être fait sur site. Pour résoudre le problème de la correction des mesures sur les gaz réels, cette thèse suggère d'utiliser des données thermodynamiques publiées sur les mélanges d'hélium et de xénon [REF15] mais la procédure n'a été mise au point que quelques années plus tard.

#### **1.1.4 2002-2003 : première approche par des méthodes résonantes [RAP4]**

Bien que le CEA ait, dès 2001, lancé un partenariat pour des mesures en réacteurs expérimentaux (cf. section suivante), c'est en 2002 que nous reprenons avec EDF des travaux en s'intéressant pour la première fois aux **potentialités de méthodes résonantes pour la caractérisation de gaz contenus dans une enceinte fermée** (dans la continuité de mes travaux de thèse). Il s'agit de voir si l'on peut remonter à des informations sur le gaz remplissant un tube en étudiant les modes de résonances couplés. Nous avons alors démontré qu'il était nécessaire d'adapter la fréquence de travail du capteur aux fréquences de vibrations du tube afin d'augmenter la sensibilité. C'est cette idée qui va guider la suite de nos recherches. Cette première collaboration montrait aussi le souhait fort d'EDF de continuer des recherches dans ce domaine.

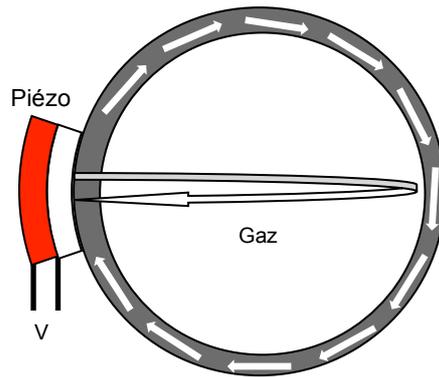
#### **1.1.5 2004-2007 : démonstration de la faisabilité de mesures de la pression et la composition dans un tube contenant un ressort [THES5, RAP8, RAP10, RAP12]**

Revenons tout d'abord sur la présentation générale de la méthode. Il s'agit d'appliquer un capteur acoustique cylindrique sur un tube afin de caractériser la propagation des ondes dans un gaz pour en déterminer sa pression et sa composition. La principale difficulté vient du fait qu'une infime part du signal se propage dans le gaz à cause de la désadaptation d'impédance.

##### **- Principe général**

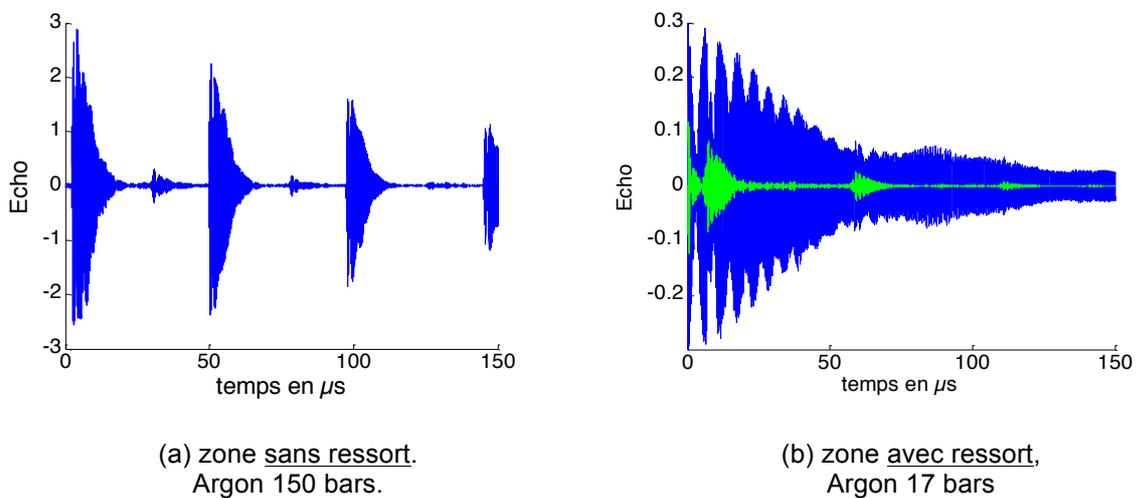
Lorsque le capteur est posé sur le tube, si on excite l'élément piézo-électrique par une impulsion de tension, **tout le système se met à vibrer**, et on obtient trois types de vibrations :

- les vibrations du capteur (piézo, couches de couplage et tube 1D)
- les vibrations de flexion du tube (appelés parasites 2D)
- les vibrations du gaz que l'on veut pouvoir distinguer et mesurer.



**Figure 12. Représentation des vibrations possibles du système capteur - tube - gaz**

L'observation des échos permet de mettre en avant ce phénomène.



**Figure 13. Echogrammes expérimentaux (bleu) et filtrés fréquentiellement (vert).**

Si l'on observe les échos du gaz, dans une zone sans ressort pour de l'argon à 150 bars (Figure 13.a), les échos ont une amplitude plus forte que les vibrations du tube et sont facilement identifiables. Ce n'est plus le cas, dans la zone avec ressort pour une pression de 17 bars. **Les échos du gaz sont noyés dans les vibrations du tube.** Il est alors nécessaire de filtrer les échos bruts (courbe bleue) dans un domaine fréquentiel rejetant les vibrations parasites (courbe verte représentant les échos dans le domaine 3.4 - 3.9 MHz et 4.4 - 5.2 MHz).

C'est un traitement spécifique des échos qui permet d'extraire les vibrations du gaz, que l'on veut pouvoir distinguer et mesurer. Comme les résonances du tube et du gaz ne sont pas aux mêmes fréquences, on les sépare par transformée de Fourier.

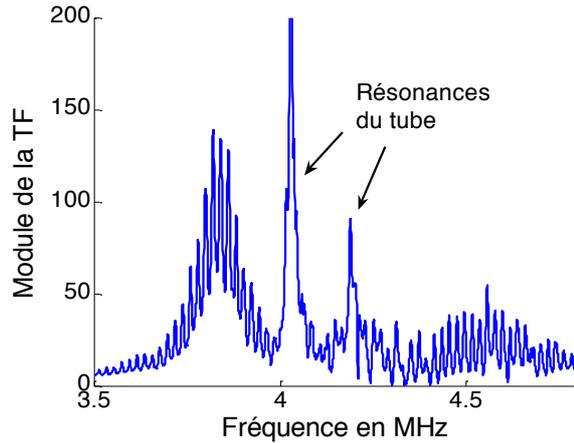


Figure 14. Réponse fréquentielle dans la zone sans ressort (Argon 122 bars)

Ceci est illustré sur la figure précédente qui présente la réponse fréquentielle d'un capteur dans la zone avec ressort, pour de l'argon à 122 bars. Les oscillations sur la transformée de Fourier sont dues aux interférences entre le premier et le deuxième écho, et servent à calculer la vitesse du son dans la cavité. Au fur et à mesure que la pression baisse, l'amplitude des résonances du gaz décroît, alors que celle des résonances du tube reste constante. C'est ce phénomène qui limite la possibilité de mesure à basse pression.

#### - Mesures électriques :

Deux mesures électriques sont possibles. Le système (gaine, couches de couplage, gaz) est mis en vibration à l'aide d'un transducteur piézo-électrique en forme de tuile, qui établit un régime d'onde stationnaire dans la cavité.

Expérimentalement, nous effectuons l'acquisition de la tension (dans la gamme de fréquence de fonctionnement du capteur) aux bornes du transducteur, soit en échographie à l'aide d'un oscilloscope, soit en spectrographie à l'aide d'une détection synchrone.

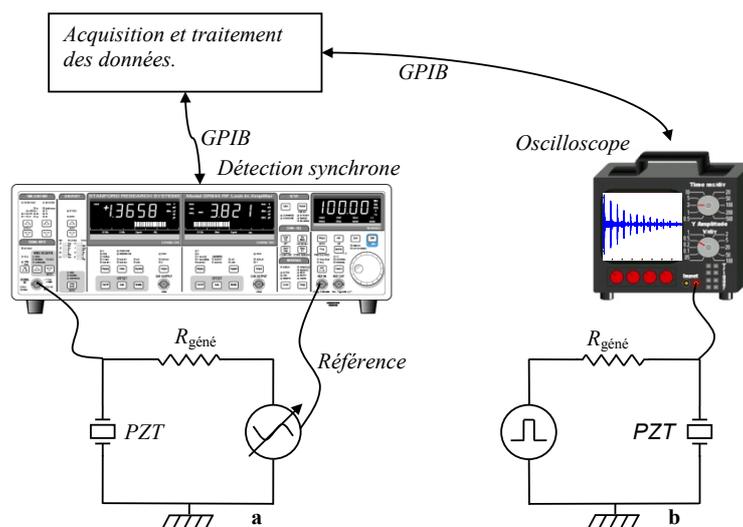


Figure 15. Schéma de principe des mesures électroniques  
a) mesure spectroscopique  
b) mesure échographique.

En ce qui concerne les mesures en échographie, un écho acoustique se produit à chaque aller-retour dans la cavité, c'est-à-dire quand le temps de parcours (temps de vol) est un multiple de  $T = 2D/c$ , avec  $D$  taille de la cavité et  $c$  vitesse des ondes acoustiques. L'amplitude des échos décroît avec la distance parcourue à cause du terme d'absorption du gaz et du système (Figure 16). L'absorption dans le gaz dépend de la pression. La décroissance des échos est d'autant plus rapide que l'absorption ( $\alpha$ ) est grande et que la pression du gaz est faible.

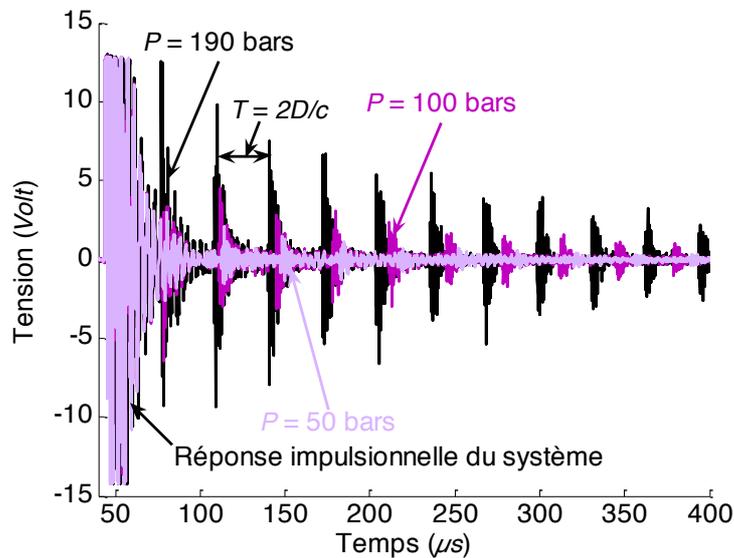


Figure 16. Echogramme en fonction de la pression pour un mélange d'He/Ar à 40%.

Théoriquement, nous sommes donc en mesure de déterminer la célérité à partir de l'écart entre deux échos, et la pression de leur amplitude (moyennant un étalonnage). Cependant, les échos observés expérimentalement paraissent complexes et tous différents, car ils sont perturbés par les autres vibrations du système. Ce phénomène rend les mesures d'amplitudes et de retards très difficiles à réaliser avec précision sur les échogrammes, ce qui justifie un traitement de signal très performant.

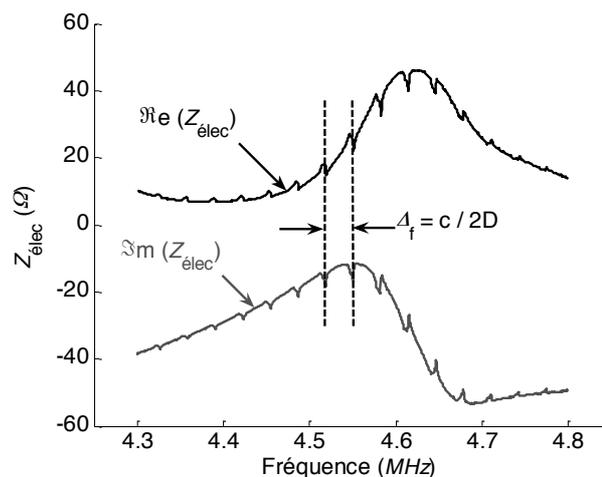
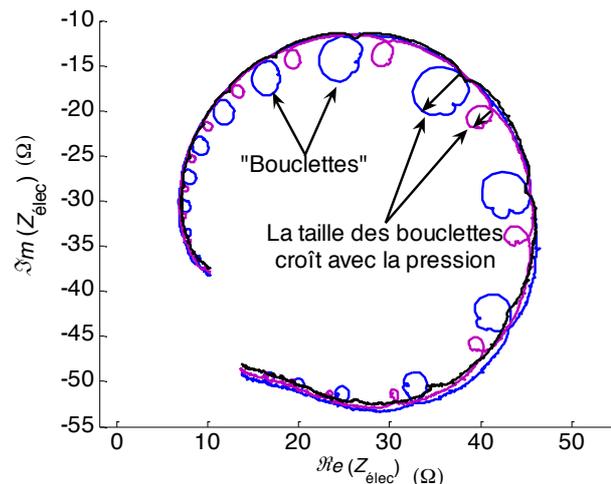


Figure 17 : Impédance électrique complexe (parties réelle et imaginaire) théorique du système dans l'espace des fréquences, pour une pression de 150 bars. (Dans le domaine de pression de 50 bars, les bouclettes sont beaucoup plus faibles et doivent être extraites numériquement)

Pour les mesures en spectrographie, les spectres sont soit directement obtenus en effectuant les mesures avec une détection synchrone, soit obtenus par transformée de Fourier de l'échogramme. Au fenêtrage temporel (temps d'acquisition) près, les informations sont identiques. Comme les spectres d'impédance (Figure 17) sont plus faciles à analyser, nous baserons l'ensemble des raisonnements de ce chapitre sur cette donnée expérimentale. L'impédance  $Z(f)$  se décompose en deux structures. les « boucles », fonctions lentement variables de la fréquence, correspondent aux vibrations du système (de la gaine, du transducteur et des couches de couplages) et les « bouclettes », fonctions rapidement variables de la fréquence, correspondent aux résonances du gaz (Figure 18).



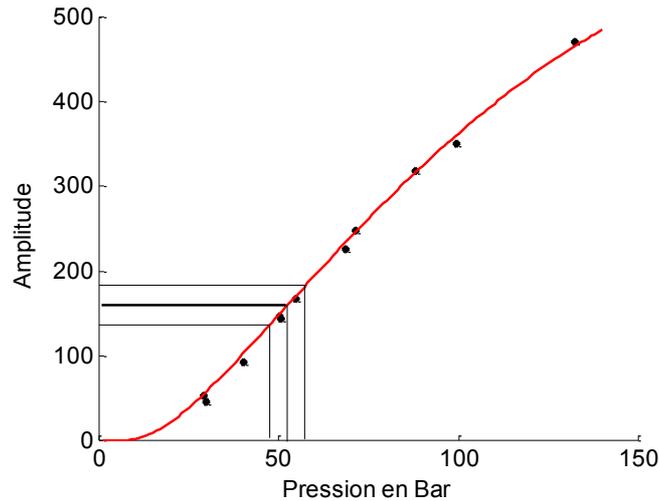
**Figure 18 : Représentation de l'impédance électrique complexe pour plusieurs pressions dans le plan de Nyquist. (bleu, 150 bars ; violet, 100 bars ; noir, 50 bars)**

Des résonances parasites du système peuvent, selon les conditions de mesure, apparaître et masquer certaines résonances du gaz. Afin de minimiser cet effet indésirable, il faut travailler avec le domaine fréquentiel le plus grand possible et multiplier ainsi l'information utile.

#### **- Mesure de la pression et de la composition :**

**La mesure de la pression** s'effectue par comparaison avec une courbe d'étalonnage comme celle présentée sur la figure 19, obtenue en laboratoire avec un tube neuf contenant un ressort comprimé, à une température de 26°C.

Aux fréquences auxquelles nous travaillons, l'écart  $\Delta f$  entre deux résonances consécutives vaut  $c/2D$  (l'inverse du temps de vol T) lorsque l'on travaille en réflexion. A partir des spectres, on peut donc déterminer la célérité du gaz (de l'écart fréquentiel entre deux résonances), et la pression après étalonnage (de l'amplitude des résonances).



**Figure 19. Courbe d'étalonnage pour les compositions 30 – 40 et 50% (les mesures à expérimentales sont les points noirs). En rouge la courbe lissée.**

Cette courbe d'étalonnage est fonction notamment des capteurs, des traitements de signaux, de la nature des gaz. De nombreux travaux ont porté sur la précision de mesure associée à cette courbe et la dispersion associée sur la mesure de pression.

**La mesure de composition**, c'est-à-dire la concentration en xénon est donnée par la mesure de la célérité des ondes du gaz contenu dans le tube. Plus précisément la loi des gaz parfaits donne une relation entre la masse molaire du gaz et la vitesse des ondes. Pour un gaz parfait ou un mélange de gaz monoatomique, la célérité du son est indépendante de la pression et vaut :

$$c = \sqrt{\frac{\gamma RT}{M}} = \sqrt{\frac{\gamma RT}{xM_{Xe} + (1-x)M_{He}}} \quad (2)$$

Avec  $M$  : masse molaire du gaz (g/mol)  
 $R$  : constante des gaz parfaits  
 $T$  : température absolue (K)  
 $x$  : concentration en xénon  
 $\gamma$  : rapport des chaleurs massiques  $C_p/C_v=5/3$  pour les gaz monoatomiques  
 $c$  : célérité du son dans le mélange (m/s).

Pour un gaz réel, on peut utiliser l'équation du viriel ou l'équation de Redlich-Wong, [REF16] qui dépend de deux constantes  $a$  et  $b$ , elles-mêmes dépendantes de la composition,  $D$  est l'inverse du volume molaire :

$$c^2 = \frac{\gamma RT}{M} \left[ 1 + \left( 2b - \frac{a}{RT^{3/2}} \right) D + 3b^2 D^2 \right] \quad (3)$$

Nous reviendrons sur cet aspect des travaux dans la seconde partie.

### - Réalisation de capteurs

Les éléments d'un capteur type et les étapes de sa réalisation sont visibles sur la figure suivante (Figure 20).

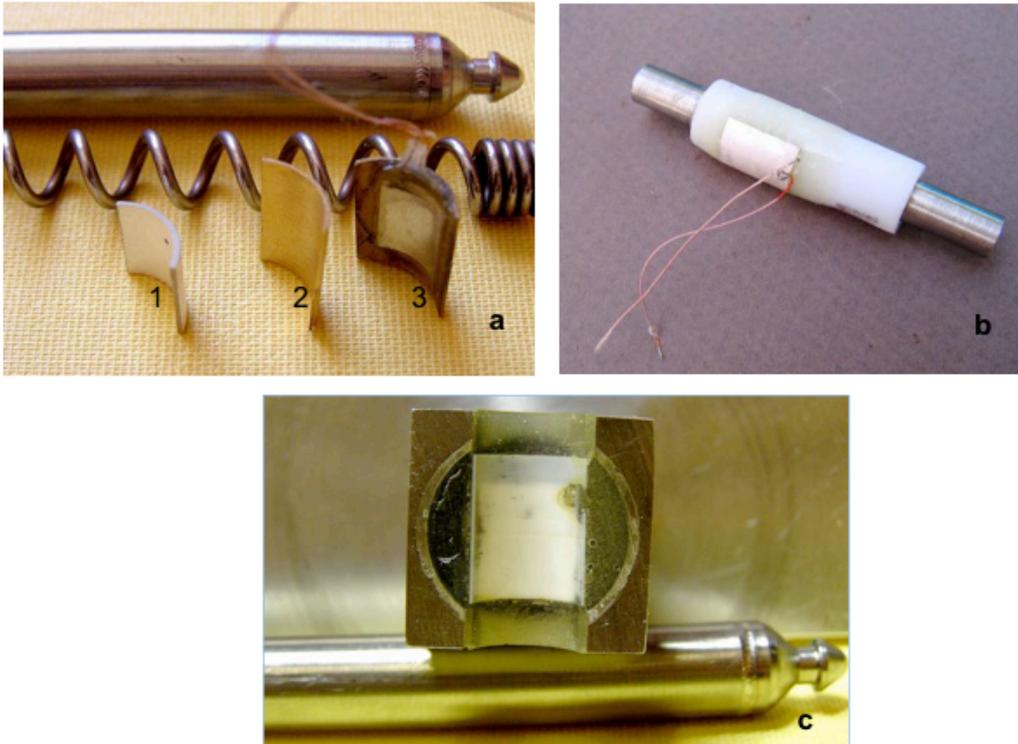


Figure 20 : Etapes de fabrication d'un capteur

- a) 1 – tuile PZT, 2 – dos en laiton, 3 – empilement actif,
- b) réalisation de l'espace par collage sur un gabarit en téflon,
- c) l'empilement est moulé dans un parallélépipède d'inox.

### - Banc expérimental

La plupart des expériences ont été réalisées avec un tronçon de crayon en zircalloy 4, contenant une zone avec un ressort (Figure 21) comprimé à la pression nominale de fabrication ( $450 \text{ kgf} = 4410 \text{ N}$ ) ; une zone sans ressort permet d'effectuer des comparaisons.

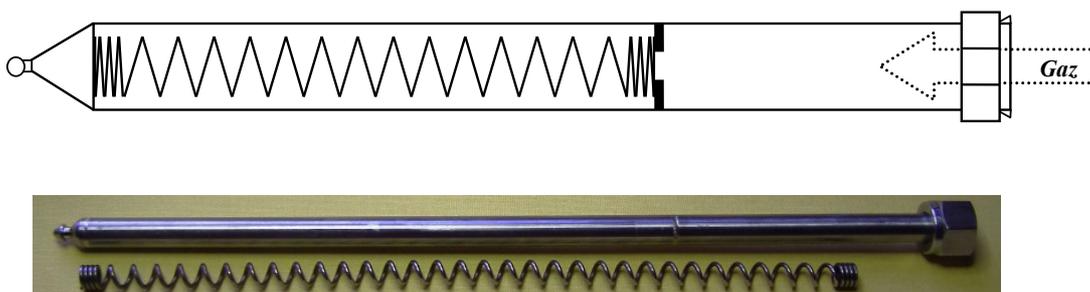


Figure 21 : Crayon pour les mesures acoustiques avec et sans ressort

Le crayon est connecté à un dispositif de pressurisation disposant de deux entrées de gaz purs pour effectuer des mélanges. Un manomètre de précision, d'incertitude de  $\pm 0,1$  bar sur la gamme 0-200 bars, indique la pression de référence dans le crayon. La prise de température est réalisée à l'aide d'une sonde PT100 (Figure 22).

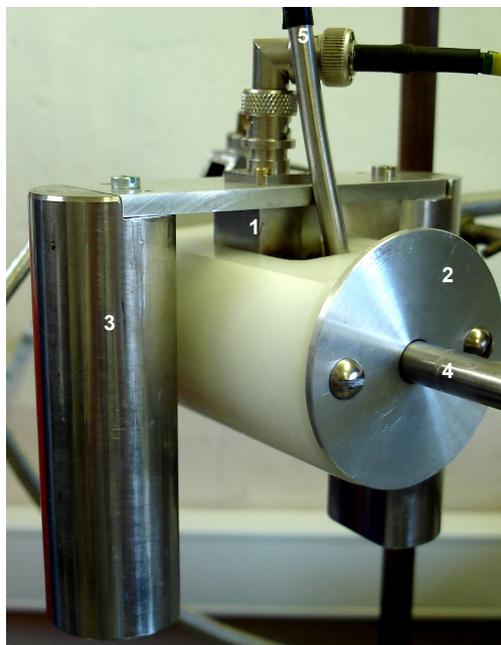


Figure 22 : Système de mesure (pour application en cellule chaude) :

- 1- capteur,
- 2- cuve contenant le couplant,
- 3- système à poids qui permet d'appliquer une force constante et de déplacer le centre de gravité sous le tube. Le capteur est stable et se positionne facilement,
- 4- tronçon de crayon,
- 5- sonde PT100.

### - Principaux résultats

La première étape a consisté à modéliser les capteurs, avec comme objectif de comprendre les mécanismes de transfert de puissance acoustique à travers la paroi des crayons, dans le but d'augmenter la puissance transmise dans le gaz, puis récupérée par le capteur. Le modèle le plus simple pour tenir compte du transducteur piézo-électrique est le modèle 1D (Figure 23), pour lequel on dispose d'expressions analytiques.

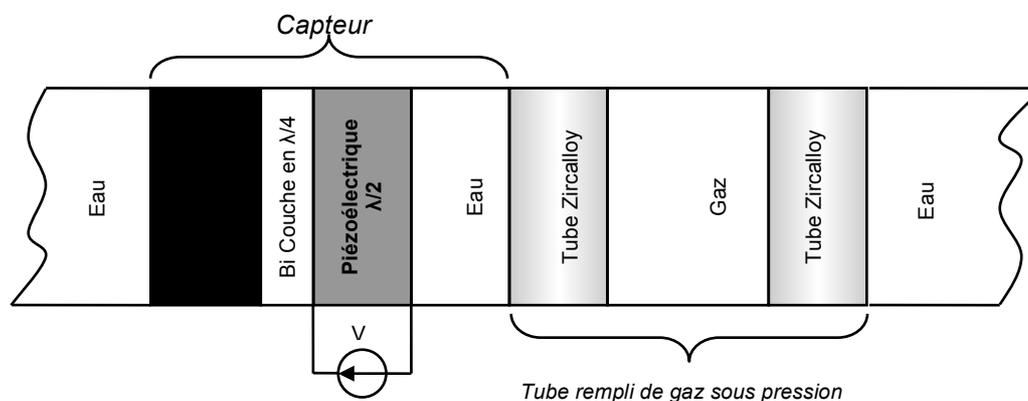
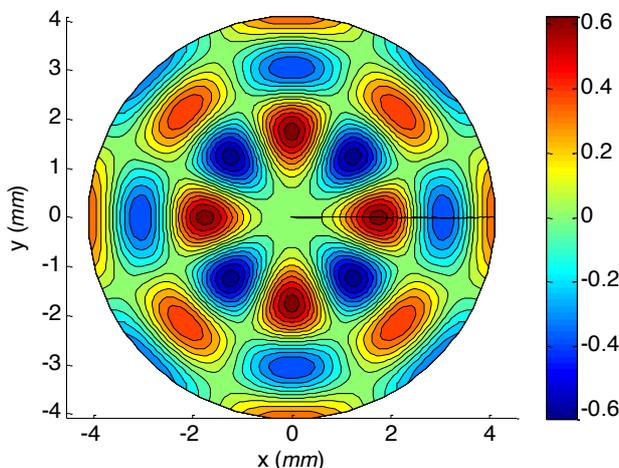


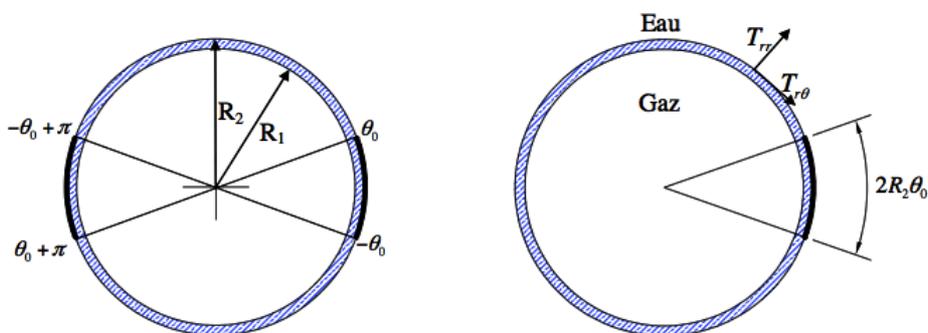
Figure 23. Représentation 1D du système de mesure.

Dans la partie initiale de son travail, E.Rosenkrantz a modélisé en 2D et 3D les vibrations du gaz contenu dans un tube (Figure 24), du tube et du transducteur, en forme de tuile, et a montré que pour obtenir un spectre utilisable, c'est-à-dire formé de résonances périodiques, une taille minimale des tuiles (éléments actifs du capteur) était nécessaire.



**Figure 24. Représentation de la répartition du champ de pression acoustique pour le mode de résonance  $n = 4$  et  $l = 3$ . L'échelle graduée représente les variations relatives de la pression acoustique autour de la pression de repos du fluide.**

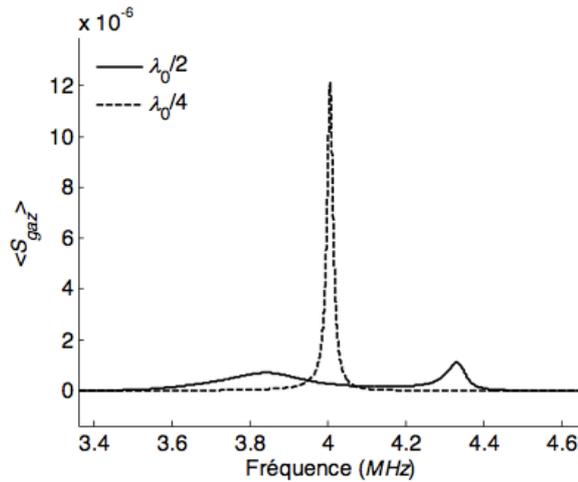
En comparant les modèles 2D (Figure 25) et 1D (Figure 12), nous avons estimé l'information qui serait perdue si finalement nous utilisons le modèle 1D.



**Figure 25. Représentation 2D du système a) en transmission b) en réflexion.**

Nous avons établi qu'entre 3 et 6 MHz le modèle 1D ci-dessus était parfaitement exploitable pour optimiser nos capteurs. Le bon accord entre les réponses théoriques et expérimentales a confirmé que l'utilisation de ce modèle 1D était satisfaisante pour la conception des capteurs (même en forme de tuile).

Il a été montré que les capteurs devaient être large bande et à fort gain. Un compromis entre le gain et la bande passante devait donc être réalisé. Comme nous n'avons pas trouvé dans la littérature de critères d'optimisation satisfaisants, nous avons introduit nos propres indicateurs de performance [REF17]. A l'aide de ces indicateurs, nous sommes arrivés à la conclusion que l'épaisseur d'eau optimale devait être égale à  $\lambda/2$  et non  $\lambda/4$  (Figure 26) comme cela avait toujours été supposé [REF18] et a permis le dépôt d'un brevet [BRE1].



**Figure 26. Représentation de la sensibilité au gaz  $\langle S_{gaz} \rangle$ , pour une couche d'eau demi et quart d'onde à partir d'une simulation 1D.**

Cette étude théorique a été validée expérimentalement avec des capteurs réalisés au laboratoire. Différents traitements de signaux ont été étudiés, qui diffèrent selon la manière dont on extrait l'amplitude des oscillations de la transformée de Fourier. Ils sont appelés STG, qui signifie « Sensibilité Totale au Gaz ». A basse pression et avec le ressort de maintien, les résonances du gaz deviennent rapidement difficiles à exploiter car les échos et les pics de résonance des spectres sont noyés dans le bruit. Nous avons imaginé plusieurs traitements de données performants, faciles d'utilisation et compatibles avec une application industrielle, pour mesurer la pression et la vitesse. Nous sommes parvenus à mettre au point des traitements qui diffèrent selon la méthode de correction de la phase inconnue et du gain de transfert du système. Malgré les contraintes de confidentialité liées à la nature de la collaboration avec EDF ainsi qu'au souhait du dépôt d'un brevet, ces résultats ont été publiés dans *Nuclear Instrument A* en 2009 [ACL24].

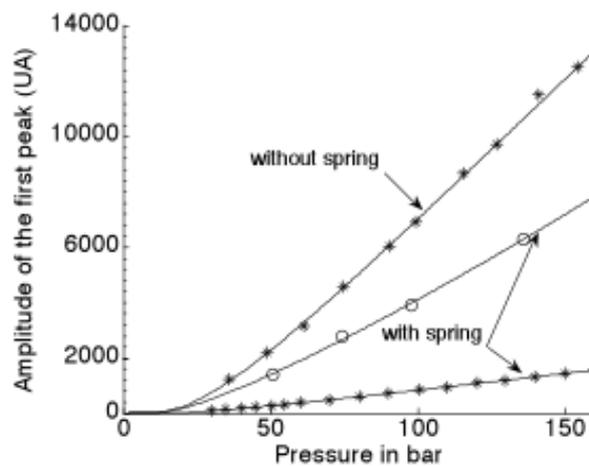
Les comportements expérimentaux des traitements se sont avérés être en accord avec la théorie, avec des mesures très peu dispersives. Nous avons démontré qu'il est possible, avec un traitement spécifique et sans modifier la position du capteur, de mesurer la pression à  $\pm 1,8$  bars sur la gamme 0-200 bars et de mesurer la concentration de xénon  $x$  (en %) à  $\pm 1\%$ . Cependant, dans une application industrielle en piscine, le capteur doit être mobile. Nous devons donc effectuer une étude de reproductibilité. Après s'être assuré que la mesure était répétable, nous avons étudié la reproductibilité liée aux variations d'épaisseur de couplant et à la mobilité du capteur. Le tableau ci-dessous résume la contribution de chacune des sources sur l'incertitude totale, pour la vitesse et la pression.

	<i>Incertitude sur la vitesse en <math>m.s^{-1}</math></i>	<i>Incertitude sur la pression en %</i>
Répétabilité	0,2	0,5
Etalonnage	0,2	0,3
Reproductibilité couplant	0,05	1
Reproductibilité position	0,5	10
Incertitude sur le diamètre	2,7	-
<b>Incertitude totale</b>	<b>3,0</b>	<b>10</b>

**Tableau VI. Composition de l'incertitude type totale sur la vitesse et la pression, sur un crayon neuf.**

Nous avons constaté que la non-reproductibilité des mesures vis-à-vis de la position du capteur est la contribution la plus importante dans l'incertitude totale sur la pression. On a montré que ce sont les imperfections de la gaine (ovalisation, non homogénéité d'épaisseur) qui sont à l'origine de cette dispersion. L'incertitude de 10% est encore trop importante pour pouvoir utiliser nos capteurs à la place d'une mesure directe par perçage des crayons. Elle a pourtant été fortement réduite pendant ce travail, puisqu'elle était d'environ de 50% au cours de la thèse précédente.

Pour palier aux inconvénients de cette dispersion, nous avons proposé plusieurs solutions, comme par exemple travailler en transmission plutôt qu'en réflexion. Notre capteur a été conçu pour être accordé à la gaine, il ne peut donc pas entièrement compenser la non-reproductibilité liée à la gaine. Quelques changements, comme modifier l'angle d'ouverture et adjoindre un système d'amortissement pour diminuer la présence gênante des résonances parasites, devraient diminuer cette dispersion. Nous présenterons dans la suite de ce manuscrit un travail spécifique qui a permis de comprendre totalement la cause de la dispersion.



**Figure 27. Courbes d'étalonnage calibration de la pression obtenues dans des zones avec et sans ressort pour un mélange He 60%/Ar 40% (étoiles) et un mélange He70%/Xe30% (cercle). Comme les mesures n'ont pas été effectuées avec le même capteur, les amplitudes ont été modifiées pour apparaître dans la même gamme.**

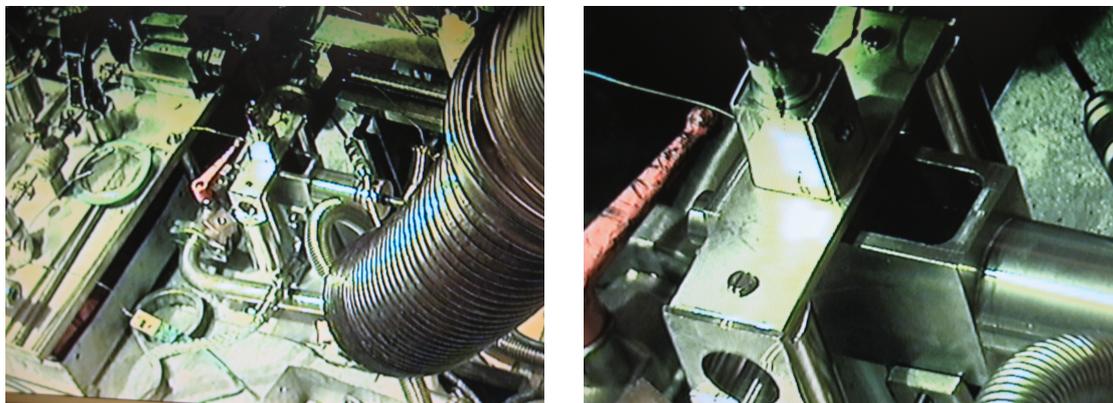
Les différentes mesures réalisées avec un ressort ont montré que ce dernier n'influe qu'en atténuant l'amplitude du signal utile, ce qui diminue la sensibilité de notre dispositif à détecter les très basses pressions (en dessous de 40 bars). Une étude préliminaire a montré qu'aux fréquences auxquelles nous travaillons, la principale cause d'atténuation des ondes en présence du ressort est due à un phénomène d'ombrage corrélé au pas du ressort. Comme à la fabrication la longueur de colonne combustible est connue à une pastille près (soit  $\pm 14$  mm) le pas du ressort fluctue d'un crayon à l'autre. L'influence du pas du ressort sur la transmission des ondes devra être quantifiée. La figure 27 présente des courbes de calibration en amplitude pour différents mélanges gazeux pour des zones de mesure avec et sans ressort.

Par ailleurs, nous n'avons pas constaté de variations sensibles du temps de transit des ondes en présence du ressort. Le ressort n'est donc plus un obstacle majeur pour les mesures de vitesses et la précision sur la concentration de xénon est de  $\pm 1\%$  en toutes circonstances. **Ce point est l'un des plus importants de ces travaux, car il valide la faisabilité des mesures en présence d'un ressort dans le tube et permet donc d'envisager les mesures sur crayons réels pour valider la méthode.**

### **1.1.6 2008-2010 : Validation de la mesure acoustique sur des crayons réels et comparaison aux méthodes de référence [RAP14, RAP18, RAP 41, RAP49, RAP50]**

Une fois démontrée la faisabilité de la mesure acoustique dans la zone du plenum avec ressort, il convenait de s'intéresser à la faisabilité de la mesure sur crayons réels irradiés. Ce type d'expérience ne peut avoir lieu que dans des cellules dites chaudes permettant de recevoir des matériaux irradiés. C'est dans le cadre de partenariats avec EDF R&D, pour les aspects développement et optimisation des capteurs et le CEA, pour la mise à disposition des crayons en cellule chaude (enceinte qui assure le confinement et la protection contre les rayonnements par des parois blindées) qu'ont eu lieu ces travaux.

La validation a consisté à comparer les résultats de mesures de composition et de pression des gaz de fission de 8 crayons combustibles sur une période allant d'octobre 2008 à Juillet 2010, par la méthode acoustique et par la méthode de référence (perçage et analyse de la composition par spectrographie de masse). Les mesures ont été effectuées au LECA-STAR dans le centre CEA de Cadarache.

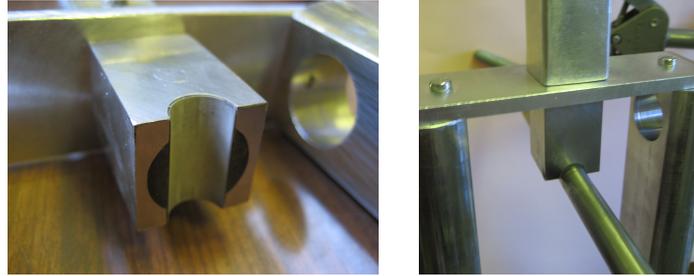


**Figure 28. Capteur acoustique sur tube combustible dans la cellule du LECA-STAR.**

Par ailleurs, jusqu'à présent, les capteurs étaient fabriqués artisanalement par l'IES. La qualité du capteur peut être limitée par un défaut de parallélisme de l'élément piézo-électrique, la qualité de collage des couches du capteur et le contrôle de l'épaisseur de la couche de couplant. Ces paramètres sont très difficiles à contrôler sans un équipement extrêmement pointu. Il a donc été proposé de faire fabriquer des capteurs, sur cahier des charges, par des entreprises spécialisées dans la fabrication de capteurs acoustiques. Cela anticipe aussi une future industrialisation pour laquelle la présence d'un industriel assurant une qualité dans la fourniture et le suivi de fabrication des capteurs sera nécessaire.

Les principaux travaux ont consisté en l'**adaptation de la méthode acoustique aux contraintes d'une cellule chaude**, impliquant :

- le design et la conception d'un capteur télé manipulable,
- le choix d'un couplant acoustique « acceptable » en cellule chaude,
- l'adaptation de l'instrumentation et de la connectique, l'étude des perturbations électriques...



**Figure 29 : Capteur acoustique conçu au laboratoire (2008) et dédié à des mesures dans la cellule du LECA-STAR (CEA Cadarache)**

Une première campagne de mesure nous a permis d'analyser certaines sources de dispersions des mesures, notamment les bruits dus à la ligne de mesure. Pour rappel, cette ligne mesure près de 40m. Elle est constituée de plusieurs tronçons de câbles et de plusieurs connecteurs, notamment à cause de la traversée du mur de béton de la cellule. La nature des différents câbles n'est pas connue et il est par ailleurs probable qu'ils ne soient pas coaxiaux. Des éléments d'optimisation de la méthode ont alors été proposés.

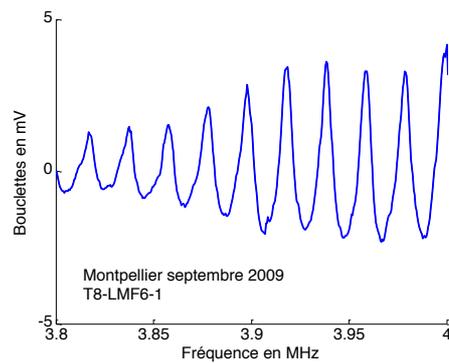
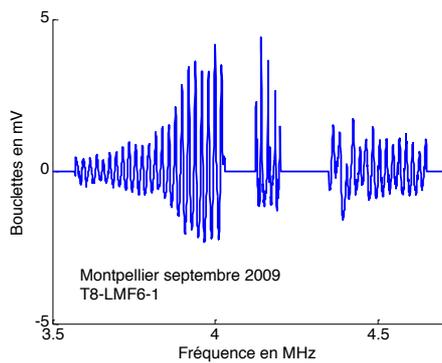
Ainsi, **une adaptation d'impédance des lignes a permis un gain significatif**. Nous avons mené une approche théorique pour déterminer une valeur plus adéquate pour la compensation de l'impédance de la ligne entre le capteur en cellule et l'enregistrement des signaux en zone avant (zone hors cellule).

Nous avons montré que la valeur optimale est plus voisine de 375 Ohms que des 25 Ohms précédemment utilisés (Figure 30). Cette démarche a permis de franchir une étape majeure. Lors de la campagne de mesures acoustiques, cette nouvelle valeur de compensation a en effet permis de récupérer un signal (gain d'amplitude d'un facteur 10) d'aussi bonne qualité que dans les laboratoires de l'IES, comme illustré ci-après.

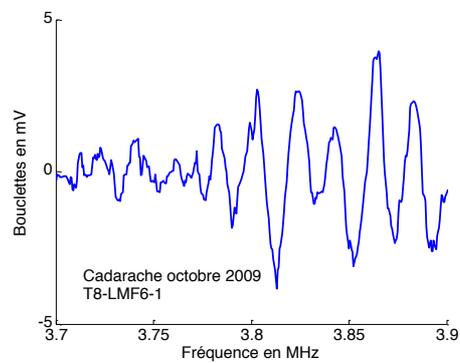
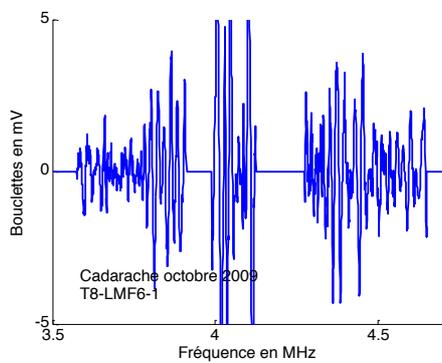
Par ailleurs, des travaux d'optimisation du capteur nous ont conduits à introduire deux nouveaux capteurs en cellule (fabriqués par deux sociétés SONAXIS et IMASONIC sur un cahier des charges identique que nous avons réalisé). Il convenait de pouvoir discriminer ces deux capteurs en terme de sensibilité sur des crayons réels. Nous souhaitons aussi pouvoir observer le vieillissement de ces deux capteurs dans des conditions identiques; cette information est importante quant à la tenue des capteurs dans l'environnement de la cellule.

**Cette démarche (optimisation de la sensibilité des capteurs et de l'adaptation d'impédance électrique) associée à une optimisation des traitements de signaux, a permis de franchir une étape majeure**. Lors de la dernière campagne de mesures, les signaux étaient comparables à ceux obtenus en laboratoire. **Ainsi, nous augmentons la précision des mesures qui est évaluée à  $\pm 5$  bars sur la pression et  $\pm 0.3\%$  sur le mélange gazeux.**

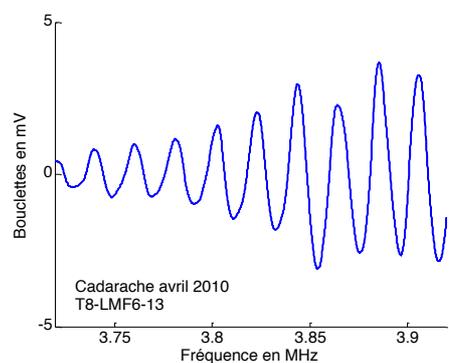
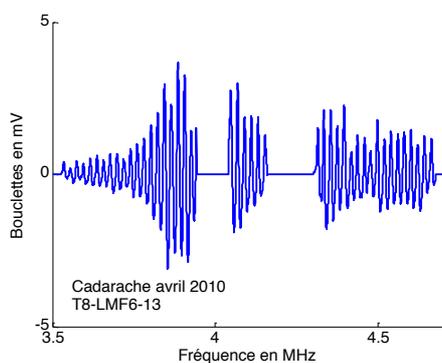
### Mesures à Montpellier avec $Z_{\text{géné}} = 25 \Omega$



### Mesures à Cadarache avec $Z_{\text{géné}} = 25 \Omega$



### Mesures à Cadarache avec $Z_{\text{géné}} = 375 \Omega$



**Figure 30. Amplitude des résonances du gaz en fonction de la fréquence. a) Configuration cellule chaude sans adaptation d'impédance ( impédance de sortie du générateur de  $25 \Omega$ ); b) Configuration de laboratoire ( impédance de sortie du générateur de  $25 \Omega$ ); c) Configuration cellule chaude avec une adaptation d'impédance de  $375 \Omega$ .**

Cette campagne de mesures a aussi permis la qualification de nouveaux capteurs industriels réalisés sur cahier des charges de l'IES et permettant un gain dans les mesures. Ce partenariat avec des industriels du domaine des capteurs acoustiques offre des possibilités de développement et d'amélioration pour de futures applications. Les capteurs IES (présents en cellule depuis 2008) et les capteurs industriels présents depuis 8 mois en avril 2010 ont vu leurs caractéristiques de fonctionnement inchangées. Ils demeurent parfaitement

opérationnels. Nous avons par ailleurs validé le choix de la société SONAXIS pour la fabrication des futurs capteurs.

Enfin pour revenir aux résultats de mesures, la proportion de xénon mesurée est systématiquement inférieure de 0,5 à 1% à celle mesurée lors du perçage (cf. Tableau VII). Pourtant, les deux techniques demeurent très précises. Une explication probable est que la dépressurisation consécutive au perçage du crayon donne également accès, outre les gaz du plenum, à des gaz encore présents dans la colonne combustible. **La technique acoustique peut en ce sens donner une information complémentaire sur les gaz de fission.**

Rod no / Date	Composition ( $x_{Xe}$ ) and Pressure	
	Acoustic results	Puncture Results
1 / March 2008	34.4 ± 0,5 % 61 ± 6 bars	34.66 % <sup>1</sup> 61.5 ± 2.6 bars
2 / June 2008	17.6 ± 2.2 % 35 ± 6 bars	18.26 % 48.5 ± 2.3 bars
3 / October 2009 mean of 2 measures	21.5 ± 0.6 % 55 ± 6 bars	22.53 % 52.1 ± 2.3 bars
4 / October 2009	15.8 ± 0.8 % 52 ± 6 bars	16.33 % 44.5 ± 1.9 bars
5 / April 2010 mean of 5 measures	23.4 ± 0.3 % 44 ± 5 bars	24.1 % 47.3 ± 1.6 bars
6 / April 2010 mean of 8 measures	20.6 ± 0.3 % 45 ± 5 bars	20.4 % 45.3 ± 1.7 bars
7 / April 2010 mean of 3 measures	24.6 ± 0,3 % 42 ± 5 bars	24,6 48.8 ± 1.7 bars

<sup>1</sup> La valeur de l'incertitude liée à la prise d'échantillon et à la spectrographie de masse est de l'ordre de ± 0.5%.

**Tableau VII. Résultats de la méthode acoustique comparés aux résultats de perçage pour 7 tubes combustibles (MOX ou UO2) entre mars 2008 et Octobre 2010. Détermination de la pression et de la composition. Le rapport de Xe/Kr est fixé à 17 ou à 10 en fonction de la nature du combustible (données confidentielles CEA en accord avec la littérature [REF19]).**

Ces campagnes de mesures ont donc permis de valider la technique acoustique pour des mesures acoustiques sur crayon REP et laissent entrevoir d'autres possibilités d'exploitation propres à des besoins CEA. Cependant la précision de mesure, notamment en ce qui concerne la pression reste de l'ordre de ± 5 bars et la pression limite de l'ordre de 40 bars. Nous pensons qu'il était possible d'optimiser les performances des capteurs et de la mesure.

### **1.1.7 2009- 2012 : Optimisation des performances [RAP41, RAP49, RAP58, RAP67]**

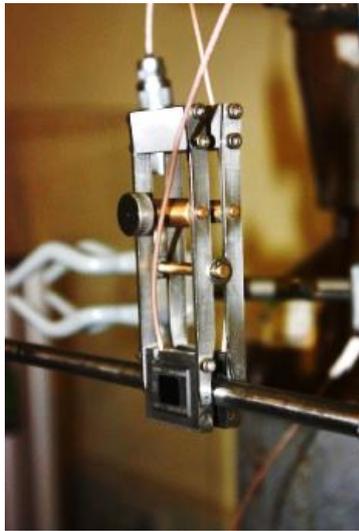
Des travaux en laboratoire, ont été poursuivis pour optimiser les capteurs industriels dans le but de réduire la dispersion sur la mesure de pression. Nous avons déjà démontré la simplicité de mise en œuvre de la technique acoustique en milieu hostile, confirmé la faisabilité de la méthode en conditions réelles, avec notamment la présence du ressort dans le plenum du crayon et un câblage de plusieurs dizaines de mètres. Les dernières campagnes de mesures confirment une faible dispersion sur la mesure de vitesse (donc une bonne précision sur la mesure de composition) mais une dispersion plus importante sur la mesure des amplitudes. Cette dispersion a une incidence sur la mesure de pression. Les meilleures performances fournissent une incertitude sur la mesure de pression de +/-5 bars.

L'objectif idéal est de gagner près d'un facteur 3 sur la reproductibilité pour descendre à une précision de +/- 2 bars.

Nous avons donc travaillé sur :

- **l'amélioration de la sensibilité** : il s'agit d'optimiser les empilements pour améliorer l'amplitude des bouclettes pour mieux les faire sortir du bruit.
- **la réduction de la dispersion** des mesures observée si on déplace le capteur sur le tube.

Le travail a porté sur **la fabrication de nouveaux capteurs** par Sonaxis (en variant le couplant, l'épaisseur, la taille) et **l'étude de ces capteurs sur un tube témoin** pressurisé. Les capteurs peuvent être fournis suivant deux types de montage, en fonction des applications visées :



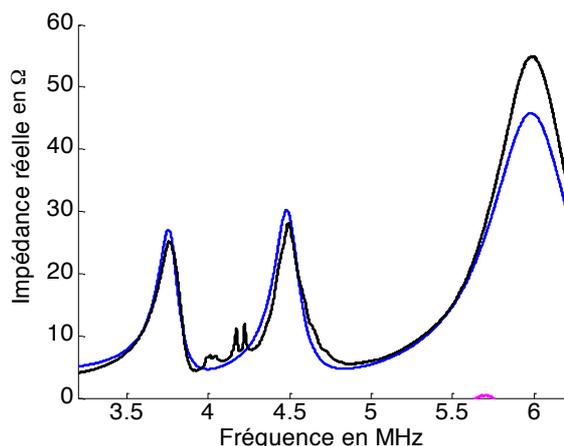
Montage Pince



Montage Poids

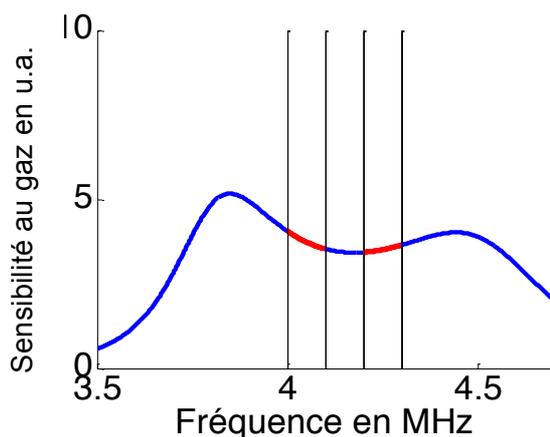
**Figure 31. Deux montages possibles pour des mesures sur tubes.**

Comme nous l'avons déjà vu, la réponse des capteurs peut être modélisée très précisément dans l'approximation 1D. Les paramètres du modèle sont les épaisseurs des couches (piézo/lame/eau/tube), les propriétés électromécaniques de l'élément piézo-électrique, la vitesse acoustique, la densité, l'amortissement des couches. Une fois les capteurs réalisés, les données fournies par les fiches de conformité de Sonaxis (épaisseur des couches réalisées, mesure des fréquences) nous ont permis de vérifier l'adéquation réponse théorique - réponse expérimentale des capteurs réalisés. Cette modélisation permet de **concevoir de nouveaux capteurs** mais aussi de **contrôler la fabrication des capteurs**.



**Figure 32. Ajustement de l'impédance du capteur LMF6 dans l'eau (épaisseur résiduelle de 8  $\mu\text{m}$  entre le capteur et le tube) par une courbe théorique. (en noir, courbe expérimentale ; en bleu courbe théorique)**

Le modèle donne aussi accès à la sensibilité théorique au gaz : il s'agit de l'amplitude théorique des résonances du gaz en fonction de la fréquence.



**Figure 33. Sensibilité théorique au gaz.**

Les zones en rouges sont les fréquences des résonances du tube, pour lesquelles le capteur est inutilisable à cause des vibrations parasites propres au tube.

En changeant l'épaisseur et la nature du matériau de couplage, nous avons fait réaliser deux capteurs, **le capteur LMF10** (avec une lame de matériau d'adaptation plus épaisse que le capteur de référence le LMF6 : respectivement 260  $\mu\text{m}$  et 240  $\mu\text{m}$ ) et **le capteur LMF11** (avec une lame d'un autre matériau, le LLBL d'épaisseur 270  $\mu\text{m}$ ), qui devaient avoir des sensibilités 10 à 20 % meilleures que LMF6. Un autre matériau, le LLPU a aussi été testé (capteur LMF13). Par ailleurs, différentes dimensions et différents rayons de courbure ont été proposés notamment pour étudier l'influence sur la dispersion des mesures.

Pour avoir les mesures les plus précises de sensibilité, ces dernières ont été effectuées dans la zone sans ressort. Le couplage du capteur a été fait avec une goutte de miel et la pression d'argon a été fixée à 149 bars. **Nous avons vérifié expérimentalement que les deux capteurs LMF10 et LMF11 étaient effectivement les plus sensibles des capteurs réalisés jusqu'à présent.**

Revenons alors sur les performances du capteur LMF10 en effectuant des mesures sur un mélange He 80% - Xe 20%, représentatif des gaz présents dans les tubes combustibles.

La représentation de la réponse du capteur ci-dessous permet de mettre en avant sa dynamique.

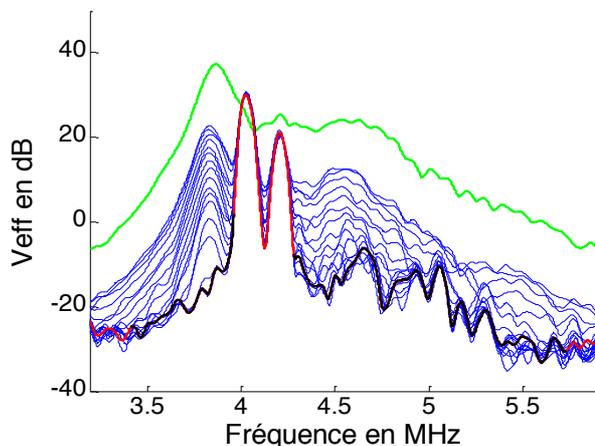


Figure 34. Réponse du capteur LMF10 pour un mélange He 80% - Xe 20%.

Sur la figure 34, la courbe en vert est la réponse dans la zone sans ressort. Les courbes en bleu sont les réponses dans la zone avec ressort pour des pressions du mélange He-Xe allant de 123 à 0 bars. La courbe en rouge et noir est la réponse sur le tube seul, en l'absence de gaz. La zone en noir correspond à la fenêtre utile. Les zones en rouge sont exclues car les parasites sont prépondérants. Pour un tel mélange, le résultat est similaire à celui de l'argon (non présenté), avec une dynamique de 52 dB dans l'intervalle de meilleure sensibilité 3.68 - 3.90 MHz.

Cette dynamique correspond à une **pression limite de 20 bars**, comme on le voit sur la figure 35, car la courbe d'étalonnage théorique est très différente de celle de l'argon. Les mélanges He-Xe sont très absorbants dans la gamme de 10 à 50 % de xenon, ce qui fait que l'impulsion acoustique est absorbée avant d'avoir parcouru deux allers et retours.

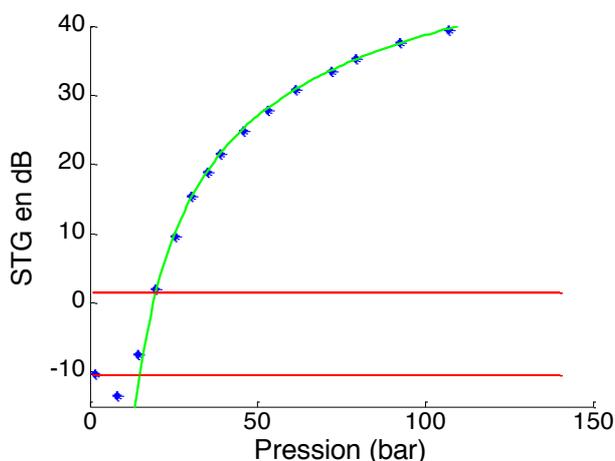


Figure 35. Sensibilité au gaz en fonction de la pression. Les points bleus sont les mesures expérimentales.

En ce qui concerne la dispersion, il est connu depuis les travaux effectués lors de la thèse d'Eric Rosenkrantz et par les travaux effectués lors de précédentes collaborations, que si on pose le capteur en divers points du tube on obtient des résultats variables et une forte dispersion. Nous pouvons illustrer ce phénomène en représentant l'amplitude STG1 pour des mesures effectuées avec le capteur LMF6 sur le tube de référence dans la zone sans ressort. Les mesures sont réalisées en faisant tourner le capteur autour du tube.

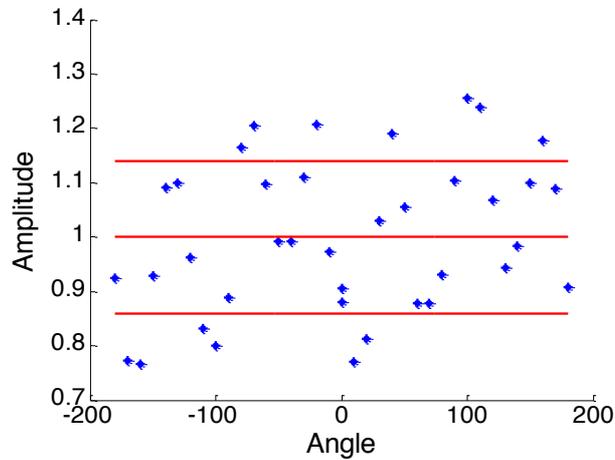


Figure 36. Dispersion des mesures en tournant autour d'un tube de référence.

La bande d'incertitude, de  $\pm 14\%$  pour ce capteur est représentée en rouge. Globalement, la dispersion atteint 15 à 20 % sur l'amplitude STG1 selon les capteurs et les tubes, ce qui est considérable (le résultat des précédentes études est confirmé). Cette dispersion induit une incertitude sur la mesure de pression. L'incertitude sur la mesure de pression pour un mélange He-Xe 20%, en fonction de la pression pour une dispersion de 20% sur la mesure d'amplitude est de l'ordre de  $\pm 7$  bars pour une pression de 60 bars,  $\pm 5$  bars pour une pression de 50 bars et  $\pm 3,5$  bars pour une pression de 30 bars. **Nous avons établi que la dispersion des mesures est due aux irrégularités de la surface intérieure du tube, qui a une forme hexagonale.** Des variations de diamètre de l'ordre de  $6\mu\text{m}$  sont observées selon les positions du capteur. Une période de  $60^\circ$  est observée dans les irrégularités, provenant probablement du processus de fabrication des tubes.

En conclusion générale, un des capteurs optimisés, **le capteur LMF10**, offre déjà une bonne sensibilité et une bonne dynamique. En utilisant le traitement STG1 actuel, nous pouvons comparer les performances de la méthode en début et en fin de ces travaux. Les performances initiales en Mars 2011 étaient une dispersion 20% et dynamique de 44 dB. En Juin 2012, la dispersion est de 10% et la dynamique de 52 dB. Ce gain significatif implique une incertitude sur la mesure de pression présentée dans le tableau suivant et nous permet d'envisager d'implanter le système acoustique sur site industriel.

Pression en bars	Incertitude en bars (Mars 2011)	Incertitude en bars (Juin 2012)
60	$\pm 7$	$\pm 3$
50	$\pm 5$	$\pm 2.5$
40	$\pm 4$	$\pm 2$
30	$\pm 3.5$	$\pm 1.5$

Tableau VIII. Incertitudes sur la mesure de pression avant et après optimisation des capteurs.

### 1.1.8 Conclusion

#### En quelques dates :

- 2007 : démonstration de la possibilité de mesure acoustique dans un tube avec ressort (dépôt de brevet). Etablissement du socle de compétences (principes des traitements, des étalonnages, ...)
- 2009 : implication de SONAXIS pour fiabiliser la fabrication des capteurs
- 2010 : démonstration de la faisabilité sur tubes réels en cellule chaude au CEA de Cadarache (comparaison aux mesures par perçage). Mesure de composition correcte mais mesure de pression dispersée. Validation de la tenue des capteurs en cellule (flux gamma).
- 2011-2012 : détermination des causes de la dispersion. Nouvelle optimisation des capteurs. Les performances finales permettent l'utilisation de la technique sur site industriel.

#### Bilan :

<p><b>Production Scientifique :</b>          ACL24, ACL31, BRE1, ASCL1, ACTI4, ACTI6, ACTI7, ACTI11, ACTI15, ACTI19, ACTI21, ACTI22, ACTI25, ACTI27, ACTI29, COM9, AFF8, AFF11, AFF13, SEM1, SEM2</p>	<p><b>Partenariats :</b>  <b>EDF R&amp;D</b> : IND3, IND7,  <b>EDF SEPTEN</b> : IND15, IND19, IND23  <b>CEA LECA</b> : IND9, IND14</p>
<p><b>Rapports :</b>          RAP4, RAP8, RAP10, RAP12, RAP14, RAP18, RAP41, RAP49, RAP50, RAP58, RAP67, RAP72</p>	<p><b>Thèse :</b> THES5  <b>Stages :</b> ST9, ST22, ST23, ST25, ST26</p>

#### Continuité du partenariat :

2001	2002	2003	2004	2005	2006	2007	2008	2009	2010	2011	2012	2013	2014	2015
	IND2													
			IND7											
							IND9							
								IND14						
								IND15						
										IND19				
													IND23	

## **1.2 Capteur acoustique pour déterminer la composition des gaz de fission en réacteurs expérimentaux**

### **1.2.1 Introduction**

Les travaux initiés avec EDF sur la mesure acoustique de la composition et la détermination de la pression des gaz de relâchement ont très rapidement intéressé le CEA, pour deux raisons essentielles : le suivi du relâchement gazeux au cours d'irradiation expérimentale, et plus généralement, la problématique liée au développement de capteurs acoustiques notamment en conditions hostiles (température, flux) pour l'instrumentation de réacteurs expérimentaux.

Forts de notre expérience sur la conception et la réalisation de capteurs acoustiques, nous avons débuté dès 2003 une collaboration sur cette thématique. L'instrumentation acoustique en développement est destinée à des applications dans les réacteurs expérimentaux pour des mesures associées aux relâchements des gaz de fission sous irradiation. La problématique concerne les mesures en ligne, en réacteur de recherche et leurs spécificités (présence de rayonnement gamma et de flux neutroniques intenses, encombrement réduit, respect des critères de sûreté des expériences en pile).

Après avoir présenté le contexte général de ces travaux, je détaillerai les différentes étapes de développement et d'intégration d'un capteur acoustique et la validation de son fonctionnement en conditions hostiles. Ces activités de recherche sont destinées à développer des capteurs de nouvelle génération pour les réacteurs du futur. Nous verrons enfin que cela nous a conduit à participer à l'expérience REMORA3, en Novembre 2010, avec le premier suivi mondial en ligne du relâchement des gaz de fission.

### **1.2.2 Contexte [REF20]**

#### **- Définition des réacteurs expérimentaux**

Les réacteurs expérimentaux sont des installations nucléaires dans lesquelles on crée et on entretient une **réaction en chaîne** pour obtenir un flux de **neutrons**, en vue de son utilisation pour l'expérimentation. L'énergie produite par les réactions de fission n'est généralement pas récupérée.

Les performances d'un réacteur expérimental se caractérisent par :

- le « **spectre** » de neutrons produits, c'est-à-dire la répartition en énergie de ces neutrons qui, selon la conception de cœur retenue, sera représentative d'un spectre de neutrons de faible énergie, appelé alors spectre de neutrons « thermiques » (énergie < 0,625 eV) ou d'un spectre de neutrons de forte énergie (énergie > ~0,9 MeV), appelé alors spectre de neutrons « rapides » ;
- le **flux de neutrons** produits (de 10<sup>5</sup> neutrons/cm<sup>2</sup>.s à plus de 10<sup>15</sup> neutrons/cm<sup>2</sup>.s).

La conception de chaque réacteur expérimental est faite en fonction de ses futures utilisations et aussi bien le spectre de neutrons produits que son intensité sont adaptés en conséquence. Il est de fait que les réacteurs expérimentaux les plus spécialisés présentent des caractéristiques de flux très spécifiques ; les réacteurs expérimentaux polyvalents destinés à réaliser plusieurs types d'activité sont conçus pour produire à la fois des spectres de neutrons rapides et thermiques ou intermédiaires, avec des caractéristiques, bien sûr, moins « pointues ». Les neutrons créés dans les réacteurs expérimentaux sont utilisés en premier lieu, pour réaliser les expérimentations relatives au développement des réacteurs électronucléaires de puissance, à la fois pour la compréhension des phénomènes mis en jeu et pour la validation et la qualification des solutions retenues.

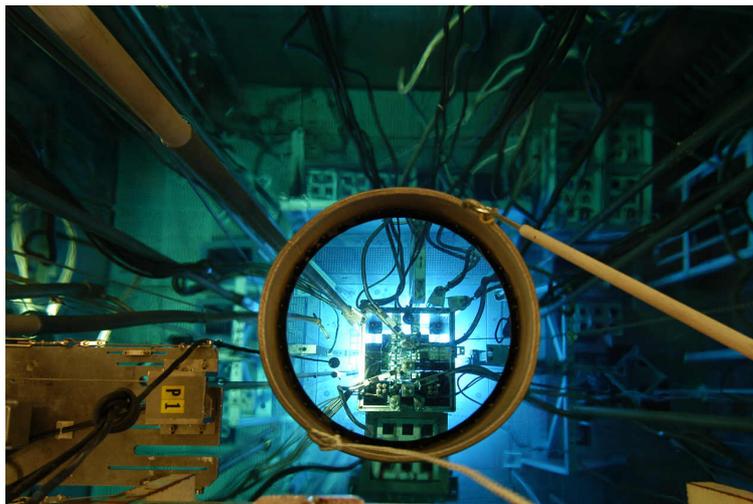
À cette problématique correspondent trois grandes catégories de réacteurs expérimentaux :

- les réacteurs destinés à valider les calculs neutroniques des réacteurs de puissance, encore appelés « maquettes critiques »,
- les réacteurs destinés à l'étude des situations accidentelles, ou « réacteurs d'essais de sûreté »,
- **les réacteurs destinés à étudier et à qualifier le comportement sous irradiation des matériaux de structure et des combustibles, encore appelés « réacteurs d'irradiation technologique ».**

Intéressons nous à ces derniers réacteurs ; ils ont un rôle de premier plan à jouer, celui de qualifier, sous l'effet de l'irradiation rencontrée dans les réacteurs électrogènes, les principaux composants de ces derniers, à savoir les matériaux et combustibles, les capteurs, etc.

### - L'instrumentation des réacteurs expérimentaux

Par essence, un réacteur expérimental **aura recours à de l'instrumentation**, bien davantage qu'un réacteur de puissance. En effet, un réacteur de recherche est généralement utilisé soit pour des études neutroniques nécessitant des mesures fines, soit comme une source intense de neutrons pour irradiation. Pour ce faire, il doit pouvoir accueillir des dispositifs que l'on insère à l'intérieur ou en périphérie de son cœur et qui permettent de réaliser des expériences dont chacune d'elles requiert une instrumentation adaptée.



**Figure 37. Vue de dessus du réacteur piscine OSIRIS, destiné à l'irradiation des matériaux et des combustibles.**

On trouvera dans un réacteur de recherche un certain nombre d'instruments de mesure en support à l'exploitation et d'autres développés pour les besoins des programmes de R&D ou d'irradiation. Chaque dispositif inséré dans un canal dédié comprendra ses propres diagnostics liés aux paramètres physiques que l'on souhaite évaluer sous bombardement neutronique. La majorité de ces mesures sont neutroniques (activation, capture, fission, neutrons retardés), thermiques (température, puissance dégagée, conductivité), mécaniques (allongement, gonflement, fluage, rupture) ou chimiques (relâchement de gaz, corrosion, impuretés, radiolyse). En même temps, il faut correctement qualifier les conditions expérimentales dans lesquelles ces mesures sont réalisées. C'est pourquoi on installe également des détecteurs capables de mesurer en temps réel les flux locaux de neutrons ou de gammas, les échauffements et les débits, d'autant que ces quantités sont, le plus souvent, perturbées par la présence même du dispositif.

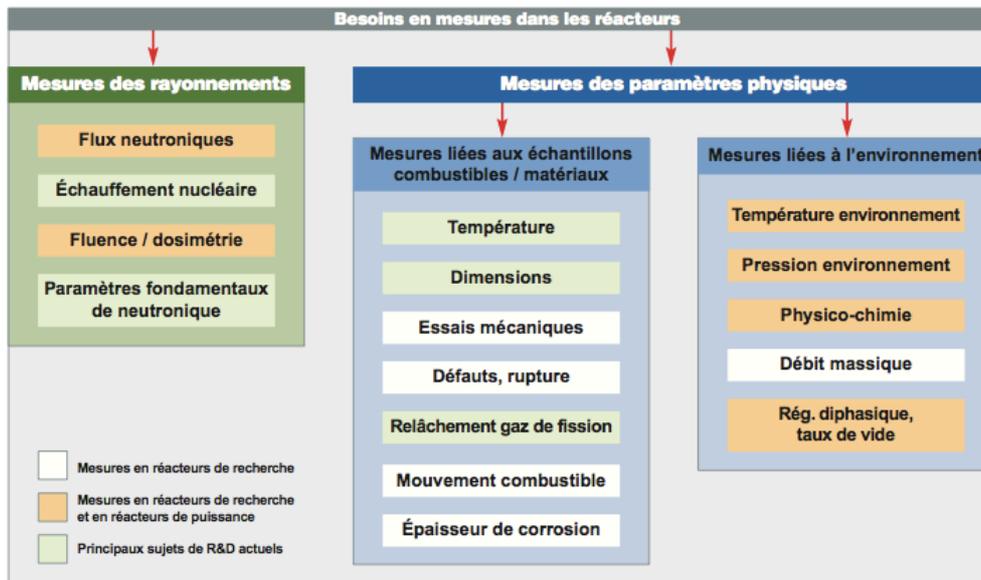
Outre les besoins liés au fonctionnement normal du réacteur, l'exploitant doit pouvoir, à l'instar des réacteurs de puissance, répondre à des demandes émanant de l'Autorité de Sûreté, portant notamment sur les aspects neutroniques comme le niveau de criticité, les marges de réactivité ou l'efficacité des barres de sécurité. Pour cela, il s'appuie sur une ou plusieurs chaînes de mesures neutroniques qui doivent être très précisément calibrées. Les incertitudes associées devant être intégrées dans le calcul des marges correspondantes impacteront directement la conception et le pilotage du réacteur. Par ailleurs, une instrumentation spécifique (dosimètres, détecteurs, thermocouples, capteurs) sera également installée, le plus souvent à demeure, pour les besoins propres à l'exploitation. Elle fournira une aide précieuse au dimensionnement des dispositifs et à l'optimisation de leurs emplacements, permettant ainsi une meilleure gestion de l'*outil de recherche*.

On distingue l'*instrumentation placée à l'extérieur du cœur* (dite « *ex-core* ») de celle placée à l'intérieur (« *in-core* »). **La particularité de l'instrumentation "in-core" est qu'elle doit être capable d'assurer sa fonction première de mesure, tout en supportant un bombardement très intense de neutrons et de gammas.**

La spécificité des systèmes de mesure *in-core* tient notamment aux contraintes qui doivent être prises en compte pour leur conception et leur intégration. En particulier, cette instrumentation doit être :

- miniaturisée, en raison des faibles sections utiles des dispositifs expérimentaux. Les détecteurs placés en réacteur doivent être installés dans un encombrement de quelques millimètres,
- fiable, car la maintenance ou la réparation d'objets irradiés est très difficile, voire, le plus souvent, impossible,
- précise, en raison d'exigences scientifiques toujours plus grandes. À titre d'exemple, les mesures dimensionnelles réalisées sur des échantillons en réacteur doivent être capables de détecter des variations micrométriques,
- résistante aux rayonnements nucléaires qui engendrent des dommages (dégradation des isolants électriques, rupture des fils de liaison, changement des propriétés des matériaux constituant les sondes), des changements de composition par transmutation, des courants parasites et un échauffement des détecteurs,
- résistante aux hautes températures (les températures de fonctionnement pouvant être supérieures à 300 °C),
- résistante à la corrosion, les expériences en réacteur sont généralement conduites en eau pressurisée ou en métal liquide (NaK).

Pour répondre à ce cahier des charges, des précautions sont prises quant aux choix des matériaux (utilisation de métaux et céramiques ayant des propriétés nucléaires adéquates) et aux méthodes de mesure employées (des méthodes comparatives ou des calibrations en ligne sont privilégiées). À chaque fois que cela est possible, les systèmes de mesure sont déportés hors du flux neutronique.



**Tableau IX. Récapitulatif des besoins de mesure en réacteurs expérimentaux, avec notamment l'identification du relâchement des gaz de fission.**

### - Les mesures de relâchement de gaz de fission

Traditionnellement, l'évaluation du relâchement des gaz de fission dans les crayons combustibles s'est contentée d'une mesure simultanée de la pression interne des crayons et de la température du combustible. Toutefois, la simple mesure de la pression ne renseigne pas sur la nature des gaz relâchés, information pourtant nécessaire pour la compréhension des modifications subies par le combustible, lors de l'irradiation. C'est pourquoi, en collaboration avec l'Institut d'électronique du Sud, le CEA a développé et utilise désormais un système de mesure acoustique permettant le suivi, sous irradiation, en temps réel, de la masse molaire du gaz contenu dans les crayons combustibles expérimentaux.

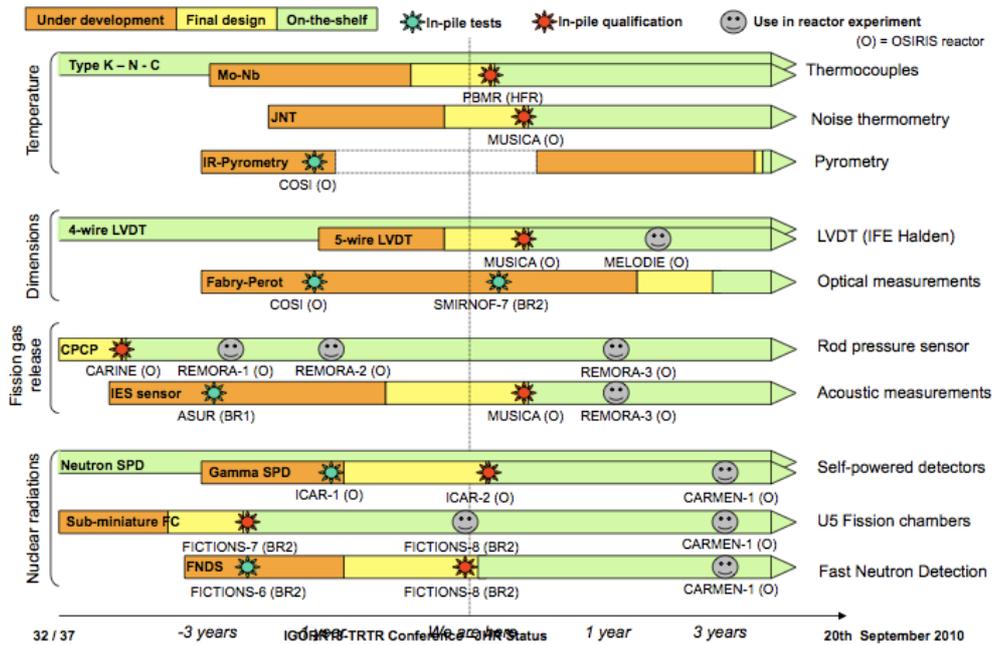
Les études réalisées dans le cadre d'une première collaboration entre le CEA et notre équipe [IND2, RAP2] ont montré qu'il était possible d'accéder à des informations caractéristiques du gaz situé dans le plenum d'un crayon combustible de type REP ou REB à l'aide d'un capteur utilisant une méthode acoustique. Ce programme faisait déjà suite aux travaux effectués en collaboration avec EDF concernant la mesure de pression dans des gaines contenant les tubes de combustible nucléaire (section précédente). Vu les résultats prometteurs et les potentialités de ce capteur, nous avons décidé de continuer les travaux de recherche et développement pour mettre au point un capteur basé sur le principe déjà adopté, mais qui doit tenir compte de l'environnement spécifique des réacteurs nucléaires : température, pression et exposition à un fort taux de radiation.

L'importance d'un tel dispositif est mise en avant par nos partenaires du CEA et est reconnue au niveau mondial comme le montrent les extraits de présentations suivants dans des conférences ou colloques spécialisés. Citons par exemple :

- la conférence **Igorr13 (International Group on Research reactors) -TRTR, Knoxville (TN), 19-23 Sept 2010**, où G. Bignan (CEA) présente les performances du futur réacteur expérimental européen Jules Horowitz.



## Importance of on-line measurement: the R&D program on instrumentation within an international framework



- le colloque, **2<sup>d</sup> International Symposium on Material Test Reactors, INL, 28 Sept 2009**, sur les développements mondiaux de l'instrumentation en pile des réacteurs expérimentaux.

- un colloque du département de l'Energie Nucléaire Américain sur l'instrumentation acoustique en milieu nucléaire (**R&D Instrumentation Workshop, 10 Novembre 2010**).



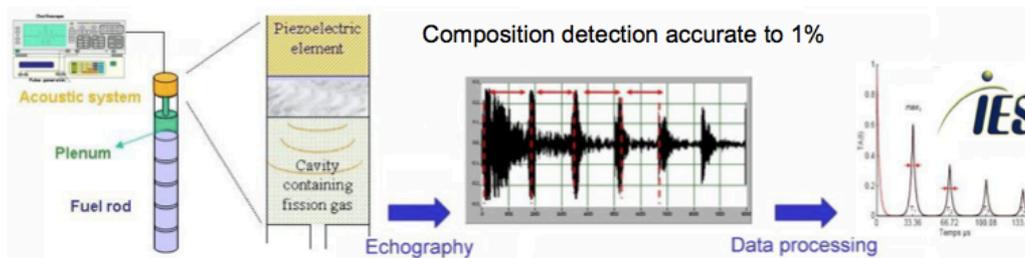
### Current In-Pile Ultrasonic Application- Fission Gas Release



The sensor can be implemented on a pre-irradiated fuel-rod

- Acoustic waves velocity → **gas composition** (= molar mass)
- Echoes attenuation → **gas pressure**

**Status :** Out-of-pile and hot labs tests completed  
 1<sup>st</sup> experiment REMORA-3 (OSIRIS reactor, France): started in 2010



*This sensor system is a CEA development currently operational in the OSIRIS reactor!*

Dans cette partie, je vais tout d'abord vous présenter l'expérience REMORA3, représentative de notre savoir-faire dans l'instrumentation acoustique pour les réacteurs expérimentaux, puis je donnerai quelques exemples de travaux qui nous ont conduits au cours des 10 dernières années à la réussite de cette expérience en détaillant notamment deux types de travaux nécessaires pour réaliser des mesures sous flux :

- la réalisation de campagnes d'essais sous flux afin de s'assurer du fonctionnement du capteur dans ces conditions ou de pallier aux possibles dysfonctionnements (adaptation au fonctionnement sous flux),
- l'adaptation d'un dispositif répondant aux contraintes imposées par les mesures en réacteurs.

### **1.2.3 REMORA 3 : premier suivi en réacteur expérimental de la cinétique de relâchement des gaz de fission [RAP24-27, RAP31, RAP35-39, RAP43-48, RAP59-61, RAP65-66, RAP68-69]**

L'expérience REMORA 3 consiste à ré-irradier dans un dispositif expérimental d'OSIRIS (dispositif GRIFFONOS) un tronçon de combustible MOX à fort taux de combustion instrumenté, d'une part d'un capteur de pression à contre pression implanté dans le plenum du crayon et d'un thermocouple à cœur implanté dans le combustible (instrumentation classique des expériences de type REMORA), et d'autre part d'un capteur acoustique permettant la mesure en ligne de la composition des gaz et de la pression interne au crayon. Un des buts de cette expérience est de mieux comprendre le comportement des combustibles nucléaires dans des conditions de fonctionnement. Le relâchement des gaz de fission est fortement lié au comportement thermophysique des tubes de combustible nucléaire. Ainsi le suivi de la composition du mélange gazeux permet d'obtenir des informations sur les gaz nobles (He, Xe et Kr) relâchés dans les volumes libres du crayon [REF3, REF21].

Nous avons donc développé cette technique de mesure acoustique de la composition d'un mélange gazeux en réacteur (développement du capteur et interprétation de la mesure) dans le cadre d'une collaboration IES/CEA et déposé en 2008 un brevet en copropriété [BRE2]. L'implantation de la technique acoustique sur le crayon REMORA 3, puis son irradiation dans OSIRIS, constituent la première application de la mesure acoustique lors d'une expérience sur crayon combustible.

#### **- Rappel du principe de mesure de la composition**

L'objectif de l'expérience REMORA 3 est de mesurer la masse molaire des gaz de fission relâchés durant une irradiation. Un certain nombre d'hypothèses sur la nature des gaz mesurés nous permettra de déterminer la composition.

Le principe de la mesure est basé sur le fait que la vitesse du son dans un gaz dépend de la masse molaire du gaz. Nous rapellons que pour un gaz parfait la vitesse du son est donnée par l'équation (1) :

$$c = \sqrt{\frac{\gamma RT}{M}} \quad (1)$$

avec  $\gamma = C_p/C_v$  le rapport des chaleurs massiques qui vaut 5/3 pour des gaz monoatomiques,  $R = 8,314 \text{ J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$  est la constante des gaz parfaits,  $T$  est la température en K et  $M$  est la masse molaire en kg/mol. **La mesure de  $c$  permet donc de déduire  $M$ .**

La mesure de la vitesse du son se fait à l'aide d'un résonateur acoustique dont le schéma de principe d'un résonateur idéal, fonctionnant en réflexion, est donné ci dessous.

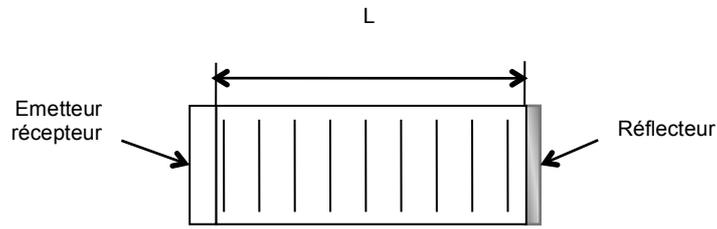


Figure 38. Schéma de principe d'un résonateur plan idéal.

Des mesures très précises (incertitude relative de l'ordre de  $10^{-3}$  à  $10^{-5}$ ) de la vitesse acoustique de gaz peuvent être réalisées avec de tels résonateurs [REF22, REF23]. Rappelons par ailleurs que nous atteignons une incertitude sur la mesure de composition inférieure à 1% avec le système dédié à la mesure directe sur les tubes combustibles.

Une impulsion acoustique est émise dans la cavité puis se réfléchit. La mesure du temps d'aller retour  $\Delta t$ , ou temps de vol, permet de déduire la vitesse :

$$c = \frac{2L}{\Delta t} \quad (4)$$

et donne accès à la masse molaire. La tension théorique en fonction du temps, **échogramme**, et de la fréquence, **spectre**, mesurée aux bornes de l'émetteur sont tracées ci-après pour un gaz hypothétique de vitesse égale à  $500 \text{ ms}^{-1}$  (Figure 39).

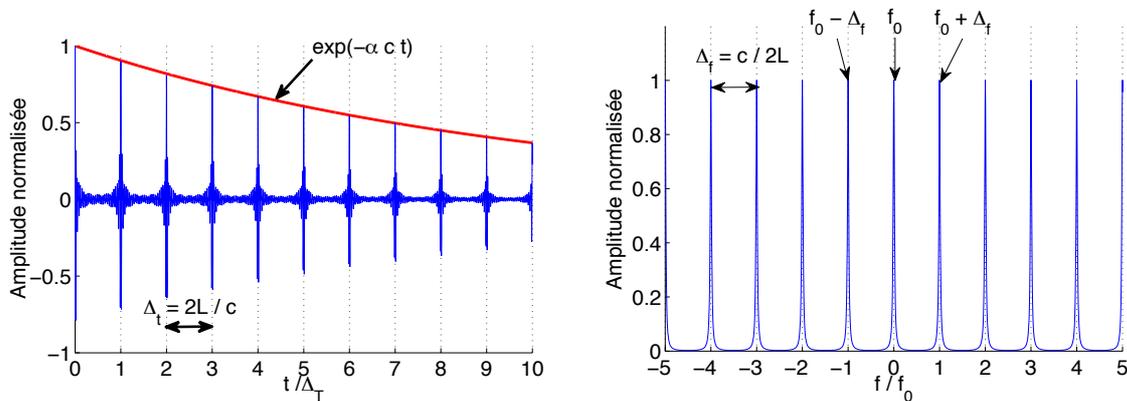


Figure 39. a) échogramme théorique et b) spectre théorique d'un résonateur idéal

La vitesse peut être mesurée directement sur l'échogramme en utilisant la relation précédente soit sur le spectre fréquentiel en utilisant la relation suivante :

$$c = 2L\Delta f \quad (5)$$

avec  $\Delta f$  égale à l'inverse du temps de vol.

Dans la pratique le capteur REMORA n'est bien évidemment pas un résonateur parfait. Le schéma de principe de ce capteur est donné ci dessous (Figure 40):

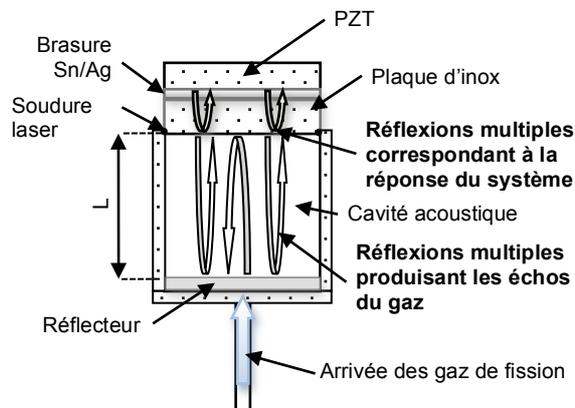


Figure 40. Schéma de principe du capteur REMORA 3.

L'émetteur d'onde ultrasonore est un disque de céramique piézo-électrique (PZT) convertissant des contraintes mécaniques en tension, et vice versa. Dans ce capteur, l'émetteur n'est pas en contact direct avec le gaz comme dans le cas idéal présenté ci-dessus. Une plaque d'inox, soudée au laser, assure l'herméticité (et la première barrière de sécurité pour les gaz de fission) et l'élément PZT est brasé sur cette plaque. La présence de cette plaque et de la brasure a plusieurs effets :

- la part d'énergie acoustique injectée dans le gaz décroît fortement ; elle est d'environ 1%.
- les résonances de cette plaque se couplent à celles du PZT produisant plusieurs pics de résonance en plus de celui propre au PZT centré aux alentours de 4 MHz. L'ensemble de ces résonances produit un écho spéculaire de forte amplitude en début d'échogramme. C'est la réponse temporelle du système. Dans l'espace des fréquences ceci se traduit par une résonance de forte amplitude sur laquelle se superposent les résonances du gaz (Figure 41).

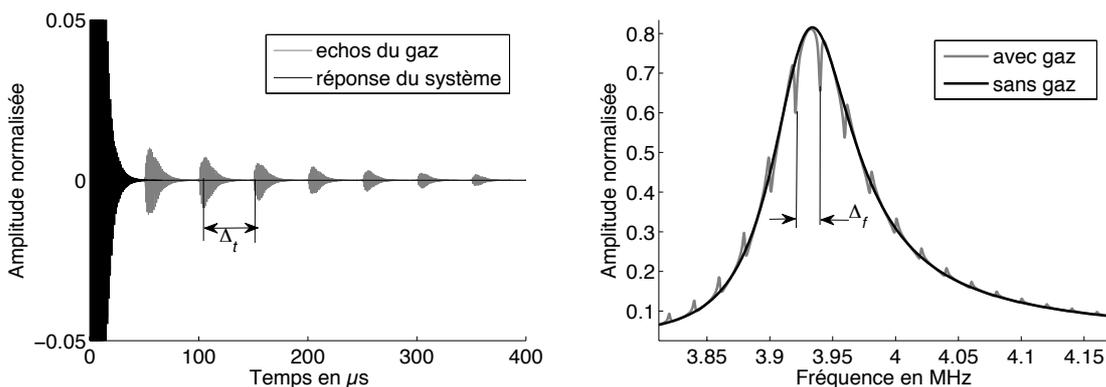


Figure 41. a) échogramme et b) spectre théorique du capteur REMORA 3 autour de 4 MHz

De plus, la présence de soudures dans la conception du capteur a pour effet de coupler la partie active du capteur au corps de ce dernier et de produire des résonances parasites. Finalement, seule la zone autour de 4 MHz reste exploitable. Expérimentalement les échogrammes et les spectres n'ont rien à voir avec les représentations théoriques ci dessus. Et dans la pratique il est nécessaire d'utiliser des traitements de signaux perfectionnés

## - Retour sur la prise en compte du comportement réel des gaz

Les conditions de pression et de température sont telles que les gaz de fission ne peuvent pas être considérés comme parfaits. La vitesse d'un gaz réel généralement croît avec la pression. L'utilisation de la formule des gaz parfaits pour déterminer la masse molaire peut conduire à commettre une erreur de l'ordre de 10%. Il faut donc tenir compte du comportement réel des gaz en fonction de la pression en utilisant une équation état adéquate.

Jusqu'alors, l'équation état utilisée pour corriger les effets de la pression sur la vitesse était une équation de Redlich-Kwong pour un mélange binaire d'He-Xe. Afin de tenir compte des faibles quantités d'argon, notamment pendant le pré-cycle, nous avons choisi d'utiliser une équation d'état du viriel<sup>2</sup>. Pour un gaz réel la vitesse dépend de la pression selon l'expression du viriel suivante:

$$c^2 = \frac{5RT}{3M} (1 + F(M,T)P + G(M,T)P^2 + \dots) \quad (5)$$

Les coefficients F et G sont les coefficients du viriel acoustique. Ils sont reliés au coefficient de l'équation d'état du viriel :

$$Z = 1 + BP + CP^2 + \dots \quad (6)$$

Ces coefficients dépendent de la température et de la composition du mélange. Ils sont déterminés à partir des coefficients  $B_{pp}$  et  $C_{ppp}$  de chaque gaz et des coefficients d'interaction  $B_{ij}$  et  $C_{ijk}$  entre chaque gaz en utilisant les règles classiques de mélange [REF24]. Les coefficients que nous avons utilisés sont issus de la littérature. Toutefois la littérature ne fournit pas tous les coefficients  $C_{ijk}$  nécessaires pour effectuer une correction quadratique.

Finalement, la masse molaire est déterminée à partir de la relation suivante :

$$M = \frac{5RT}{3c^2} (1 + F(M,T)P) \quad (7)$$

Une fois la masse molaire corrigée obtenue, les fractions molaires d'hélium et de gaz de fission sont calculées en considérant que le mélange est binaire, mélange d'hélium et de gaz de fission, ce qui conduit à deux hypothèses :

- la fraction molaire d'argon est considérée comme connue, constante et égale à sa valeur initiale  $x_i^i$ ;
- le rapport des fractions molaires de xénon et de krypton est considéré comme constant est égal à celui déterminé lors du perçage du crayon père soit  $x_{Xe}/x_{Kr}=17,32$ . Les gaz de fission sont donc traités comme un seul gaz de masse molaire égale à :

$$M_{GF} = \frac{x_{Xe}M_{Xe} + x_{Kr}M_{Kr}}{x_{Xe} + x_{Kr}} = 131,31 \text{ g.mol}^{-1} \quad (8)$$

---

<sup>2</sup> Nous avons choisi d'utiliser une équation du viriel pour deux raisons : les coefficients du développement du viriel se trouvent assez facilement dans la littérature et la raison la plus importante est que les règles de mélange ne sont exactes que pour une équation du viriel.

Dans cette dernière relation nous avons utilisé la composition isotopique du xénon et du krypton déterminée lors du perçage du crayon père. Le perçage final a confirmé ces valeurs isotopiques ainsi que le rapport des fractions molaires de xénon et de krypton. Finalement les fractions molaires d'hélium et de gaz de fission sont données par les relations suivantes :

$$X_{He} = \frac{M_{GF} - M_{mix} + X_{Ar}^{(i)}(M_{Ar} - M_{GF})}{M_{GF} - M_{He}} \quad (9)$$

$$X_{GF} = \frac{M_{mix} - M_{He} + X_{Ar}^{(i)}(M_{He} - M_{Ar})}{M_{GF} - M_{He}}$$

### - Influence des conditions expérimentales sous flux

Nous n'avons jamais utilisé le capteur en conditions expérimentales sous flux. Comme nous le verrons dans la partie suivante, seuls les éléments constitutifs avaient été testés (à des flux moindres dans tous les cas). L'expérience REMORA 3 constitue donc aussi un test grandeur nature du fonctionnement du capteur acoustique dans ses conditions réelles d'utilisation.

Plusieurs paramètres dégradent le signal acoustique réellement mesuré :

- des couplages mécaniques dus à la fixation du capteur dans le porte-échantillon,
- les températures de fonctionnement,
- les fortes doses de radiation gamma et neutroniques.

Le capteur acoustique doit satisfaire aux critères de sûreté notamment pour sa fixation dans un porte-échantillon. Il convient qu'il y ait un confinement total des gaz de fission. Dans notre dispositif, ces critères imposent plusieurs enveloppes soudées créant des barrières de confinement. Ces soudures introduisent des couplages mécaniques qui modifient la réponse du capteur, spécifiquement dans la gamme de fréquence inférieure à 3.5 MHz. Ainsi seules les résonances aux alentours de 4 MHz restent exploitables. Les figures 42 et 43 correspondent à la réponse du capteur REMORA3 avec un traitement du signal non optimisé (cf. paragraphe suivant) et rempli de 50 bars d'hélium à la température ambiante.

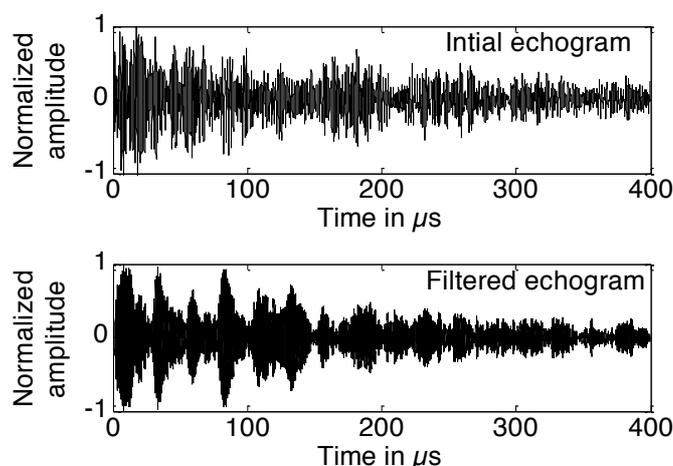
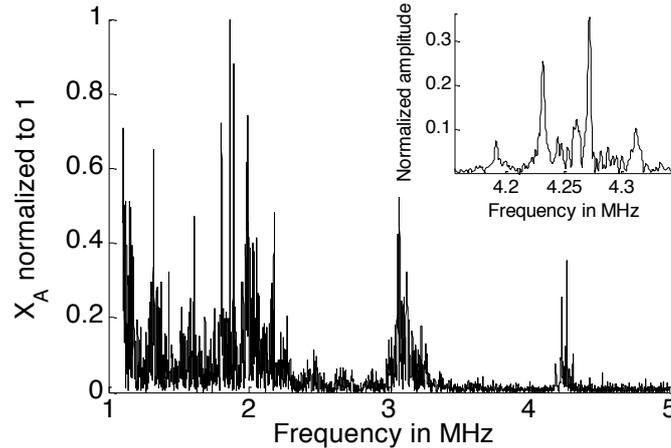


Figure 42. Echogramme initial et filtré (avec un filtre passe-bande autour de 4 MHz) pour le capteur REMORA3 rempli de 50 bars d'hélium à la température ambiante.



**Figure 43. Spectre fréquentiel initial et filtré obtenu à partir du module de la FFT des échogrammes de la figure 42.**

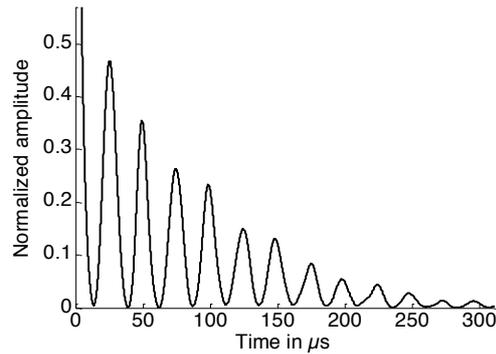
Durant le processus d'irradiation de l'expérience REMORA3, la dégradation du signal peut provenir de l'augmentation de température et de l'exposition à des flux gamma et neutroniques. En effet, le facteur de couplage électromécanique décroît lorsque la température augmente [REF25] et que l'on se rapproche de la température de Curie (le capteur est sensé fonctionner jusqu'à 220°C, température de fusion de la brasure utilisée pour le collage de l'élément actif sur la plaque d'acier inoxydable, mais plus la température augmente, plus le signal est altéré). Des travaux précédents avaient montrés que le PZT utilisé dans le capteur REMORA3 (PZ27 de chez Ferroperm) [ACT116, RAP21] pouvait fonctionner avec efficacité en dessous 150°C. Afin de vérifier le bon fonctionnement du capteur en fonction de la température, plusieurs tests ont été réalisés avec des gaz standards dans une gamme de température allant de 20°C à 150°C et des gammes de pression de 1 à 100 bars, conditions représentatives de l'expérience REMORA3.

En ce qui concerne la tenue aux flux gamma et neutroniques, comme nous le verrons dans la partie suivante, des travaux avaient été réalisés sur les éléments piézo-électriques utilisés dans le capteur. L'impact des irradiations gamma sur plusieurs éléments PZT avait été étudié (novembre 2003) pour un débit de dose maximal de 20 kGy/h et une dose cumulée de 1,2 MGy, ne mettant en avant aucune altération drastique de leur fonctionnement [RAP7].

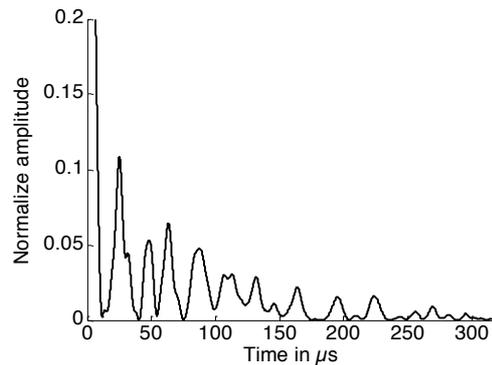
Entre février et juillet 2006, plusieurs éléments PZT avaient été placés dans le réacteur de recherche BR1 (SCK-CEN, Moll, Belgium) pour étudier les effets des doses neutroniques [RAP13]. La fluence finale après 150 jours d'irradiation avait atteint  $1,6 \cdot 10^{17}$  n/cm<sup>2</sup> (neutrons thermiques) et de petites variations irréversibles des fréquences de résonance avaient été détectées. Mais les éléments demeuraient actifs et opérationnels.

Lors de l'expérience REMORA3, la première phase d'irradiation a eu lieu en mars 2010 dans le réacteur OSIRIS (CEA Saclay) suivie d'une seconde étape en novembre 2010 où fut atteinte la puissance maximale. Une première évaluation par des calculs neutroniques (données CEA) donne au niveau du capteur acoustique des fluences de l'ordre de  $3,5 \cdot 10^{19}$  n/cm<sup>2</sup> (neutrons thermiques),  $3,5 \cdot 10^{18}$  n/cm<sup>2</sup> (neutrons rapides) et une dose gamma de 0.25 MGy.

Si l'on s'intéresse à la réponse du capteur, les signaux typiquement obtenus avant le début de l'irradiation sont représentés sur la figure 44. Les conditions sont favorables, la température est basse (47°C) et le capteur n'a pas encore accumulé de dose. Nous obtenons des tempogrammes peu bruités avec des pics régulièrement espacés et facilement identifiables.



**Figure 44. Tempographe obtenu au début de l'expérience (Mars 2010).**



**Figure 45. Tempographe obtenu après quelques heures de fonctionnement.**

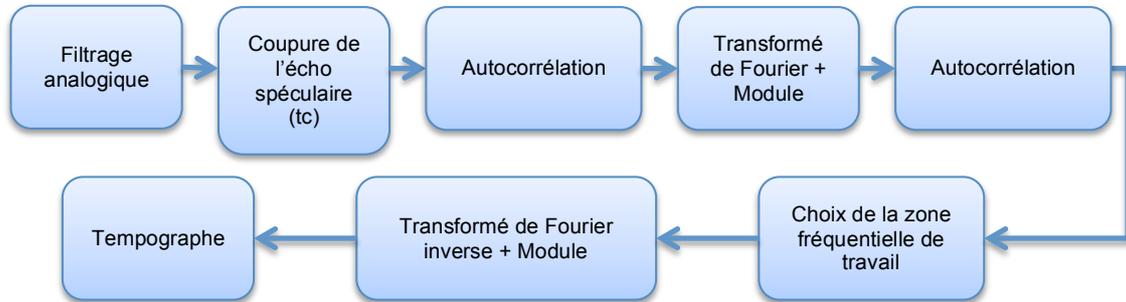
Après seulement quelques heures d'irradiation, la qualité des signaux décroît comme le montre la figure 45. Des pics parasites apparaissent et l'amplitude générale de la réponse faiblit. La température est alors de 113°C et les fluences estimées sont de  $2,2 \cdot 10^{19}$  n/cm<sup>2</sup> pour les neutrons thermiques et  $2,2 \cdot 10^{18}$  n/cm<sup>2</sup> pour les rapides à la fin de cette phase. Les mesures restent possibles mais se dégradent rapidement. Nous savons par ailleurs que les doses seront plus importantes lors de la campagne de novembre. La température de fonctionnement ne peut expliquer une telle dégradation, qui est principalement due à des effets neutroniques auxquels nous ne pouvons nous soustraire. Il n'existe que peu de littérature sur la réponse de PZT soumis à de tels flux mais [REF26, REF27, REF28] montrent effectivement une baisse du facteur de couplage électromécanique pour des niveaux de fluence comparables à ceux de l'expérience REMORA3.

Entre mars 2010 et février 2011, nous allons optimiser les traitements de signaux (cf. paragraphe suivant) mais aussi mettre en place un écran neutronique au niveau du capteur acoustique.

#### **- Exemple d'optimisation des traitements de signaux**

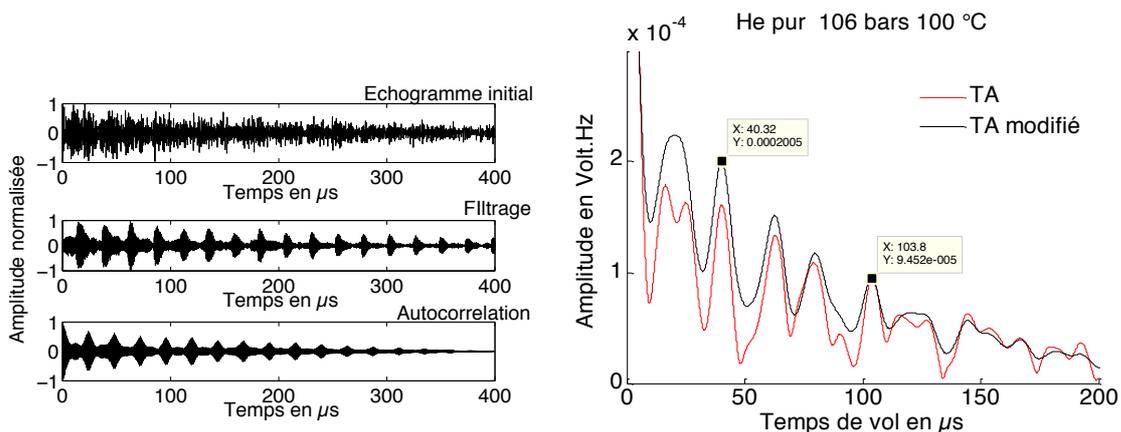
Au cours de l'expérience les conditions de mesure ont été telles que nous avons dû faire considérablement évoluer le traitement du signal pour palier à la dégradation des signaux acoustique. La première des améliorations a consisté à mettre en place deux autocorrélations, l'une temporelle la seconde fréquentielle [RAP45]. L'autocorrélation d'un signal périodique fournit un signal périodique de même période. Par contre, si la durée d'autocorrélation est suffisamment importante, l'autocorrélation d'un bruit blanc tend vers zéro. C'est une méthode classique de traitement du signal qui n'avait jamais été utilisée car elle pose des problèmes dans le cas où le capteur est aussi utilisé pour mesurer la pression. Un filtre analogique passe-haut de fréquence de coupure égale à 2,5 MHz a été aussi

rajouté. Ce filtre n'avait jusqu'alors aucune utilité mais la dégradation du signal lors du pré-cycle nous a obligé à trouver des solutions pour augmenter le rapport S/N. De son côté le CEA a mis en place un écran neutronique. Le synoptique de traitement des signaux est le suivant :



**Figure 46. Synoptique du traitement de signal après la mise en place d'un filtre analogique et d'une autocorrélation.**

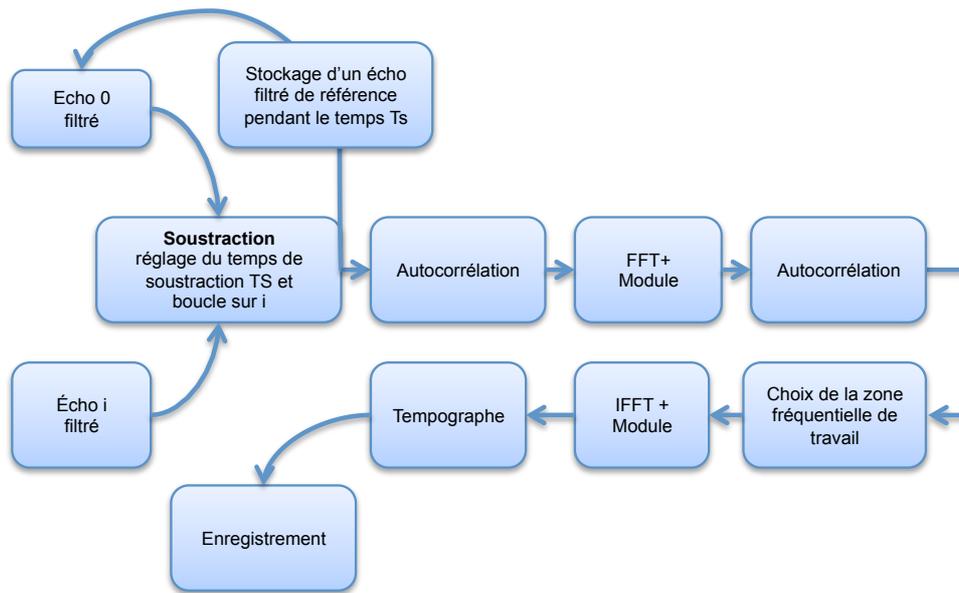
L'amélioration consécutive à ces modifications est illustrée sur les deux figures ci-dessous.



**Figure 47. a) Echogramme initial puis filtré et auto-corrélé et b) Tempographe TA obtenu avec (rouge) et sans autocorrélation (noir).**

Durant le pré-cycle (phase précédant l'expérience à proprement parler) la dégradation concomitante des conditions de mesure (augmentation de la température notamment) et du capteur (effet neutronique) nous a conduit à imaginer et implémenter promptement un nouveau traitement du signal : le traitement soustractif dont le synoptique est donné ci après (Figure 48).

Le principe de ce traitement est basé sur les variations de temps de vol. La soustraction de deux échogrammes où uniquement les échos du gaz se sont déplacés fournit un nouvel échogramme dans lequel la réponse du système a été éliminée (Figure 49). L'hypothèse principale de cette méthode est que la réponse temporelle du système n'a pas varié entre les deux échogrammes utilisés pour la soustraction. Cette hypothèse se vérifie durant les phases expérimentales où la température et la pression restent *relativement* constantes. De plus, on peut toujours trouver un laps de temps dans lequel ces conditions se vérifient.



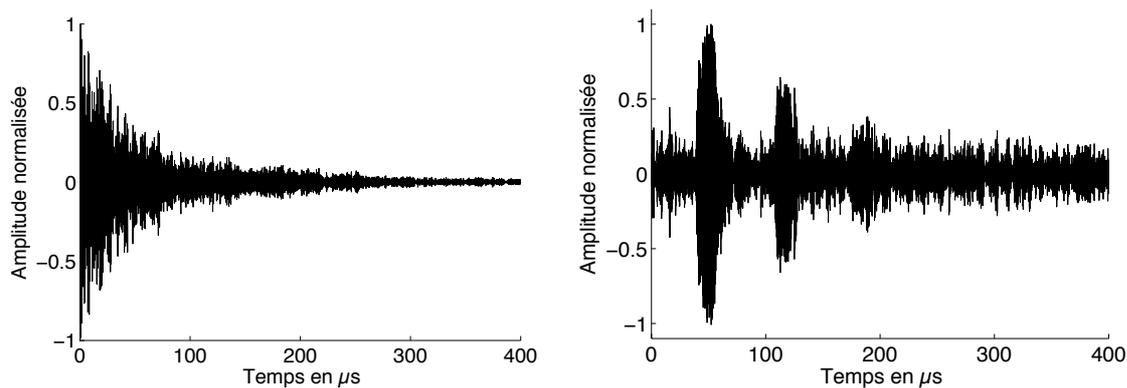
**Figure 48. Synoptique du traitement par soustraction.**

Le paramètre ajustable du traitement soustractif est le temps de soustraction. C'est le temps écoulé entre les deux échogrammes que l'on soustrait entre eux. Or le temps de vol ( $\Delta t$ ) varie avec la température et la masse molaire. Nous distinguons deux phases de fonctionnement du traitement soustractif :

- pendant les paliers où ne se produit pas de relâchement les variations de temps de vol sont uniquement dues aux petites fluctuations de température. Le temps de soustraction dans ces phases là doit être suffisamment élevé pour obtenir aléatoirement de nouveaux échogrammes exploitables,
- durant les phases expérimentales où il y a du relâchement, la variation du temps vol est plus significative. Le temps de soustraction n'est alors que de quelques minutes. La méthode s'avère très efficace sur ces phases.

L'inconvénient majeur de cette méthode est que la vitesse mesurée est comprise entre les deux vitesses que nous aurions obtenues avec le premier et le second échogrammes traités séparément. Nous avons estimé que la méthode soustractive induisait un biais de  $2 \text{ ms}^{-1}$ . Dans le cas où aucune soustraction n'est nécessaire nous fixons l'incertitude de type B sur  $c$  à  $1 \text{ ms}^{-1}$  (valeur utilisée uniquement lors de la montée du pré-cycle).

La méthode soustractive a permis d'exploiter des échogrammes qui jusque là étaient difficilement exploitables. Notamment pour les échogrammes obtenus pour des mélanges absorbants au point que la plupart des échos du gaz étaient noyés dans la réponse impulsionnelle du capteur. Ceci tient au fait que la méthode soustractive élimine plus efficacement la réponse impulsionnelle du système.



**Figure 49. a) échogramme avant et b) après soustraction.**

La figure 49 ci-dessus représente des échogrammes, avec une valeur supposée de gaz de fission au alentour de 22%. Sans la méthode soustractive ces échogrammes n'auraient jamais pu être traités. En effet, avec la méthode soustractive on ne coupe plus entièrement l'écho spéculaire et on coupe juste avant le premier écho du gaz (dont on estime le temps d'apparition en ayant une idée de la vitesse, en l'occurrence  $T_c < 30 \mu s$ ). **A l'aide cette méthode on récupère des échos du gaz qui jusqu'alors été noyés dans la réponse temporelle du système.**

#### **- Résultats**

Je ne rentrerai pas dans les détails du travail de post-traitement long et minutieux, qui nous a donné accès à des informations non accessibles en ligne. Pour en avoir les détails, il convient de se référer au rapport RAP62.

La conclusion principale est que les mesures acoustiques ont été réussies. Cela n'était pas une évidence, ne serait-ce que par la dégradation du capteur dès la fin du pré-cycle. Un certain nombre d'évolutions et de modifications ont permis néanmoins d'aller jusqu'au bout de l'expérience, les principales étant la mise en place d'un traitement par soustraction et d'un bouclier neutronique.

**Cette expérience prouve la faisabilité de la mesure de composition en condition d'irradiation.** Nous avons mis en évidence des variations de masse molaire durant l'irradiation. Les mesures acoustiques en fin de cycle ont été confirmées par la valeur obtenue par perçage du crayon et analyse par spectroscopie de masse (donnée CEA). Le retour d'expérience nous permet par ailleurs d'envisager une optimisation du capteur acoustique afin d'améliorer sa réponse pour une exploitation plus aisée en ligne.

Je viens de détailler quelques aspects des travaux qui nous ont permis d'obtenir le suivi de l'évolution de la masse molaire du mélange gazeux au cours de l'expérience REMORA3 (aux différents paliers de puissance du réacteur). **La prise en compte du comportement réel des gaz, l'influence des conditions d'irradiation et l'optimisation du traitement du signal sont significatifs des travaux nécessaires pour faire d'un prototype de laboratoire un instrument de mesure fiable et utilisable pour une application donnée.**

Dans la suite de ce document je vais revenir sur les activités de recherche qui nous ont permis d'aboutir à la réussite de l'expérience REMORA3. Il a été nécessaire au début du projet de s'intéresser à la tenue, dans les conditions de la future expérience, des différents éléments constitutifs du capteur acoustique. Une seconde étape a consisté à adapter le capteur pour son utilisation dans un environnement spécifique.

### **1.2.4 Tenue sous irradiation de capteurs piézo-électriques [RAP6, RAP7, RAP9, RAP11, RAP13, RAP21]**

Ce travail concerne tous les aspects de l'étude du dispositif en vue de l'implanter sous flux neutronique. Ces tests ont pour but de vérifier la tenue des capteurs sous flux, au cours du temps. Les différents éléments constituant le capteur (élément piézo-électrique, colles, soudures, backing) seront placés séparément sous flux, afin de pouvoir discriminer l'élément en cause, si le capteur présente un dysfonctionnement. Deux types de tests ont été réalisés :

- test sous flux gamma (Cobalt) pour sélectionner les éléments après irradiation
- test sous flux neutronique en final pour vérifier et se prémunir d'effets non visibles sous irradiation gamma.

#### **- Campagne de mesure sous flux gamma : irradiateur IRMA (IRSN Saclay), Novembre 2003**

A l'issue d'études antérieures, un capteur à ultrasons associé à un montage spécifique a été élaboré afin de permettre la mesure en laboratoire de la pression et de la composition d'un gaz contenu dans une cavité de volume réduit. Les dimensions et la géométrie actuelles de ce dispositif laissent envisager son intégration au sein de la structure du cœur d'un réacteur afin de contrôler le relâchement de produits gazeux de fission dans les gaines contenant le combustible mais surtout son implantation dans un réacteur expérimental. En l'absence de données bibliographiques accessibles sur la tenue sous flux gamma des matériaux utilisés dans ce capteur ultrasonore, une campagne de mesures a été réalisée au sein de l'irradiateur IRMA.

L'objectif principal de cette étude était d'abord de tester la robustesse du dispositif acoustique soumis à diverses conditions d'irradiation afin de déterminer le débit de dose maximum ou la dose cumulée ultime pouvant entraîner la destruction du capteur ultrasonore. A cette fin, la partie active d'un capteur complet a été exposée sans aucune protection durant près de 4 jours jusqu'à atteindre une dose cumulée supérieure à 150 kGrays. Pour contrôler son fonctionnement ainsi que la présence de dérives ou de signes précurseurs de son endommagement, sa réponse électrique (impédance électrique en fonction de la fréquence) a été enregistrée toutes les minutes à l'aide d'un analyseur de réseau. Ces résultats expérimentaux seuls n'auraient pas permis d'identifier le ou les éléments défaillants au sein du capteur ultrasonore. Aussi, en plus de la partie active du capteur complet, divers matériaux piézo-électriques et différentes structures intermédiaires de capteurs ont été placés dans l'enceinte d'irradiation. Il s'agit d'éléments piézo-électriques seuls ou bien collés sur un substrat de verre (appelé par la suite "ligne à retard") ou bien encore disposant d'un élément amortisseur en résine chargée ou "backing". Indirectement, tous ces tests ont permis aussi de solliciter la tenue aux radiations des soudures et des câbles électriques présents dans ces montages.

Actuellement, la structure active d'un point de vue ultrasonore du capteur de pression/composition est constituée d'un câble coaxial dont les deux brins sont soudés sur chacune des deux faces métallisées d'une pastille piézo-électrique de type PZT27 (Ferroperm) et d'épaisseur 0,66mm. La face arrière de l'élément piézo-électrique est de plus recouverte d'un plot de résine.

Les sources utilisées sont de sources de cobalt 60 de type « C-188 ». L'irradiation est continue pendant plus de 75h. Les éléments piézo-électriques et capteurs sont groupés sur 5 supports (4 éléments par support) qui pouvaient être déplacés en 7 positions dans la cellule autorisant ainsi 7 débits de dose. Le changement de position permet ainsi d'obtenir des configurations de doses cumulées et de débit différentes. Ces configurations ont été calculées afin de pouvoir différencier les deux effets.



**Figure 50 : Enceinte d'irradiation IRMA.**

De plus, un support (bloc1) est resté tout au long de l'irradiation dans la position la plus rapprochée des sources (débit 20kGy/h) de sorte que la dose cumulée pour les éléments de ce support atteigne près de 1,5 MGy.

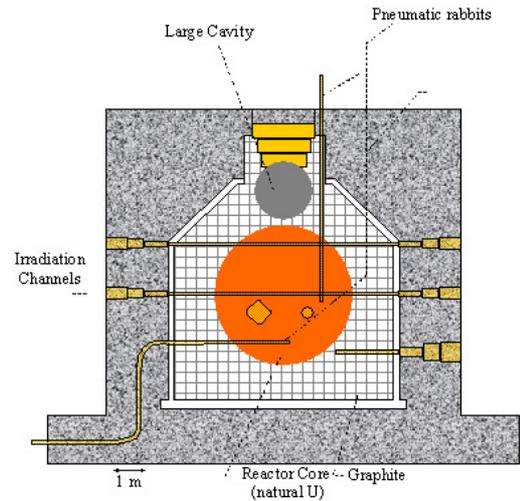
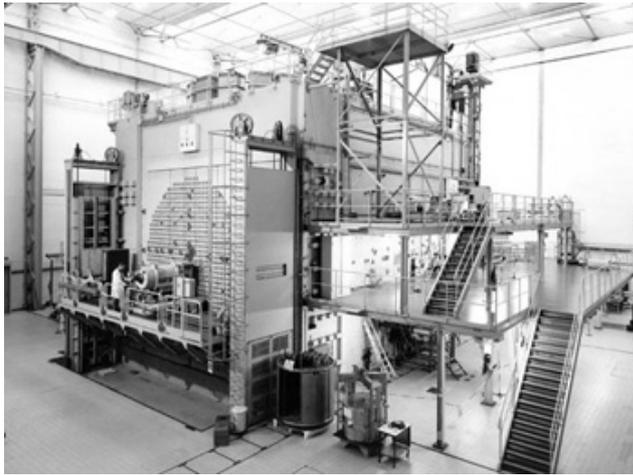
Sans rentrer dans les détails de l'analyse des résultats, nous avons conclu que tous les éléments testés ont fonctionné sous irradiation. Les seuls effets observés sont une variation par rapport au point de fonctionnement avant irradiation. Soudures et contacts ont tenu. Les éléments piézo-électriques collés sur des lignes à retard ont donné une réponse acoustique tout au long de l'irradiation. **La première conclusion est donc que pour des doses gamma relativement fortes (débit jusqu'à 20000 Gy/h et dose jusqu'à 1,5 MGy), des solutions incluant des capteurs acoustiques peuvent être envisagées.**

L'installation ayant été louée pour une semaine, nous n'avons pu poursuivre l'irradiation au-delà des doses précitées. Il aurait été intéressant de suivre le comportement des éléments piézo-électriques pour des doses plus importantes, et éventuellement de détecter un seuil au-delà duquel le fonctionnement serait altéré.

Les variations des impédances électriques des éléments piézo-électriques sont faibles (quelques %) au cours de l'irradiation et n'ont pas d'incidence directe sur leur utilisation en tant que capteur.

#### **- Campagne de mesure sous flux neutronique sein du reacteur BR1 (SCK, Mol, Belgique), Février - Juillet 2006**

Le réacteur BR1 consiste en un empilement de 14 500 blocs de graphite. Il est percé de 829 canaux horizontaux (dimensions 50x50 mm) prévus pour le chargement du combustible. Seulement 569 canaux sont chargés. Outre ces canaux à combustible, le réacteur compte encore environ 70 canaux expérimentaux. Il s'agit de sections rectangulaires de 10x10 cm, de 18x18 cm, de 24x24 cm, et sections circulaires d'un diamètre de 8 cm. Le réacteur dispose aussi de deux colonnes thermiques. Le combustible est de l'uranium naturel, sous forme métallique (25 tonnes environ). Chaque canal du réacteur contient 23 barreaux combustibles (dimensions d'une barre: 21x2,54 cm diam.). Le réacteur est refroidi par air au moyen d'une convection forcée par ventilateur, avec évacuation de l'air chaud par la cheminée. L'admission et la sortie du circuit de refroidissement sont pourvues de filtres afin d'empêcher la poussière de se déposer dans le réacteur et d'éviter que des matières radioactives ne soient rejetées par la cheminée.



**Figure 51. Vue et plan du réacteur (source : [www.sckcen.be](http://www.sckcen.be))**

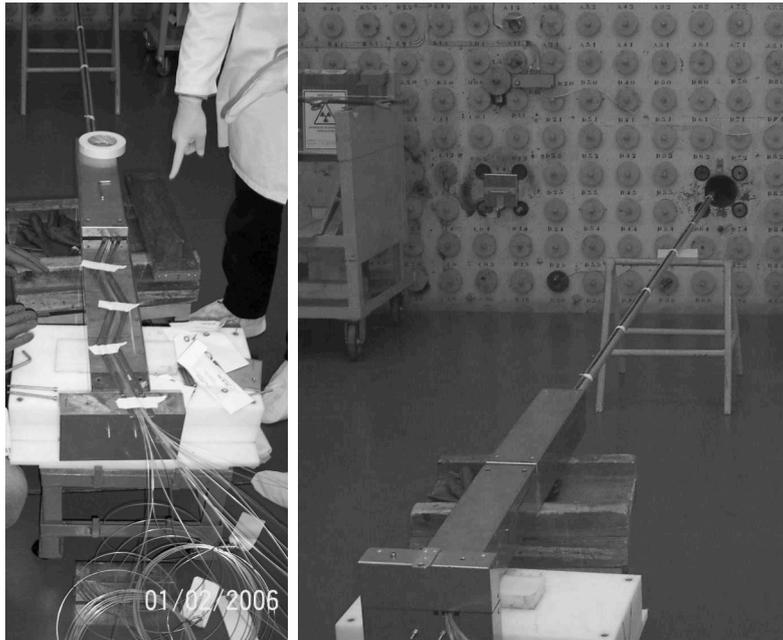
La réalisation de cette campagne d'irradiation sous flux neutronique a nécessité de concevoir un système mécanique de porte-échantillons adapté aux spécificités du réacteur expérimental BR1. Pour accéder au cœur du réacteur, différents canaux sont disponibles. Chaque canal se présente comme une cavité rectangulaire de section 10x10cm sur une longueur d'environ 7m.



**Figure 52. Vue des canaux du réacteur.**

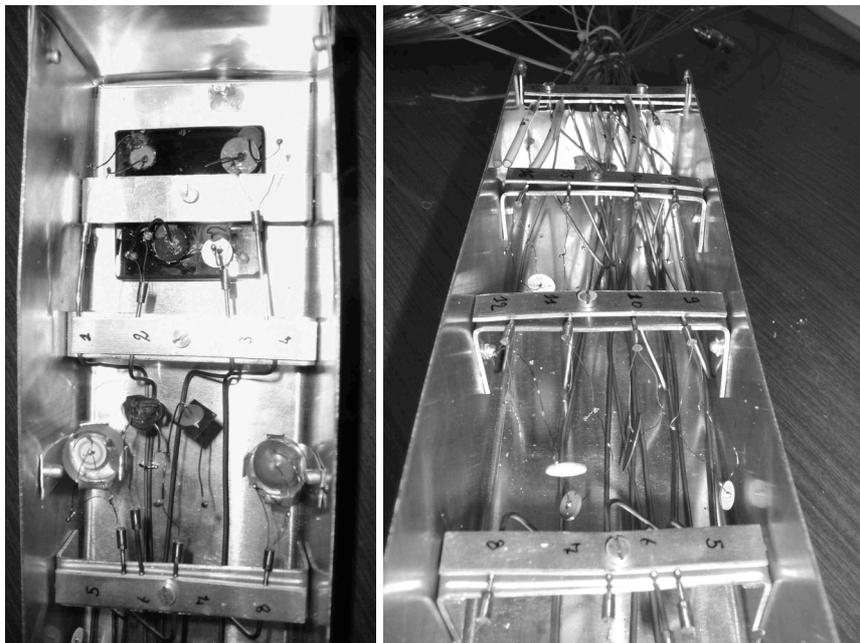
Le dispositif de test doit être placé dans un récipient et son insertion au sein du canal s'effectue via une longue perche. Les câbles électriques d'instrumentation passent aussi dans ce tube et aboutissent dans un passe fil permettant de sceller le canal.

Les câbles électriques reliant les assemblages piézo-électriques aux appareils de mesure sont de type BNC gainés inox et à isolant minéral. Leur longueur est d'environ 15m de façon à pouvoir placer les appareils et l'opérateur dans la zone réservée (non située en face de l'entrée des canaux). La sortie de ces câbles du côté des capteurs est de type bifilaire. L'isolation électrique de chaque brin est obtenue à l'aide de perles de silice. Ces câbles sont réalisés par la société THERMOCOAX.



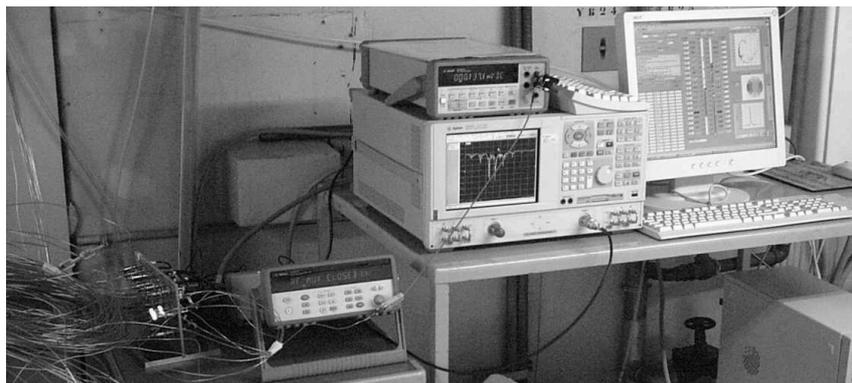
**Figure 53. Passe-fils et manchon pour sceller le canal.**

Le boîtier « porte-échantillons » a été réalisé en aluminium. Il comprend des ponts permettant de tenir et fixer les câbles électriques jusqu'aux électrodes des éléments piézo-électriques.



**Figure 54. Porte-échantillons et câblage des 19 voies pour placement dans le canal du réacteur.**

Le programme d'acquisition mesure sur chaque courbe la position en fréquence et l'amplitude du pic de résonance ( $F_{max}$  et  $A_{max}$ ) et place ces données dans un fichier pour son transfert par ftp vers notre laboratoire. Cette fonctionnalité permet de suivre le déroulement des mesures pour détecter à distance d'éventuels dysfonctionnements. Toutes les courbes de l'analyseur de réseau sont stockées sur deux disques différents via une communication GPIB.

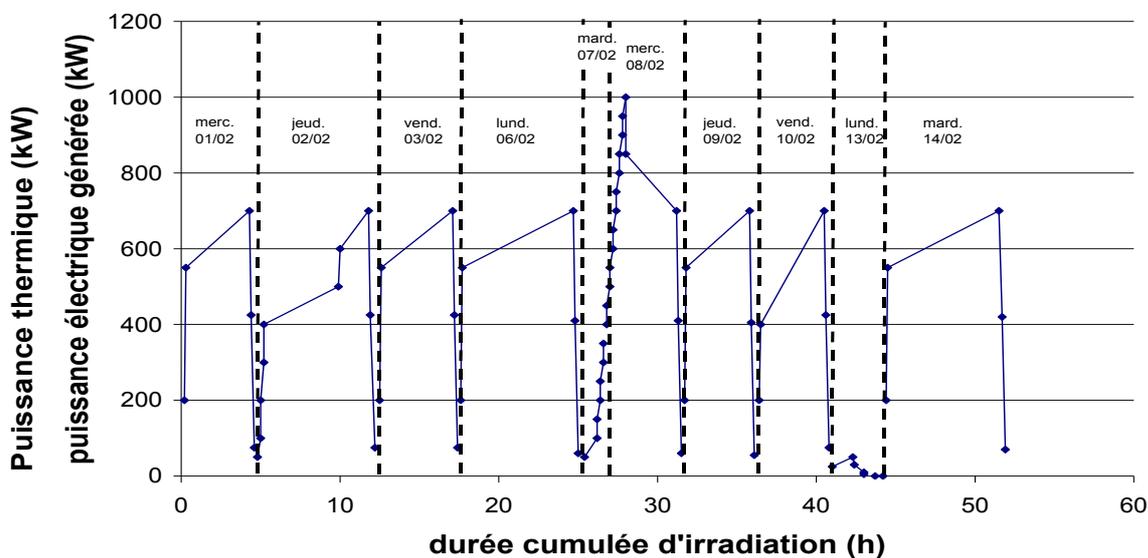


**Figure 55. Vue du dispositif (multiplexeur RF, analyseur de réseau, voltmètre, PC d'acquisition).**

Nous avons mis au point ce banc de mesures puis l'avons installé sur le réacteur BR1 de Mol. Le programme d'acquisition a alors tourné de façon autonome durant 50 jours à l'exception d'un arrêt d'une semaine (15 jours après le démarrage de la campagne de mesures) suite à une coupure accidentelle de courant. Durant ces 50 jours, aucune opération n'est venue affecter la connectique. Puis le système d'acquisition et de mesures a été ré-expédié vers Montpellier.

Les assemblages ont continué à être irradiés durant 4 mois supplémentaires. Le système d'acquisition et de mesures a alors été remonté et remis en route durant quelques jours avant le retrait définitif des échantillons du canal en juillet 2006. A la reconnection des câbles de mesures, 2 voies n'ont plus fonctionné correctement.

Le réacteur BR1 est un réacteur école permettant d'atteindre une puissance de 700 kW (voire 1 MW).



**Figure 56. Exemple de puissance générée au cours d'une semaine d'irradiation.**

Pour cette première campagne de mesures sous irradiation neutronique, nous n'avons pas imposé un scénario d'irradiation précis. L'important était dans cette phase des études, de voir les effets de doses cumulées sous le flux imposé par le réacteur BR1.

Les doses théoriques (données BR1) calculées au bout de 50 jours sont :

- $6,30 \times 10^{16}$  neutrons /  $\text{cm}^2$  en neutrons thermiques,
- $3,92 \times 10^{15}$  neutrons /  $\text{cm}^2$  en neutrons épithermiques,
- $5,96 \times 10^{15}$  neutrons /  $\text{cm}^2$  en neutrons rapides.

Celles-ci correspondent environ aux doses réelles cumulées mesurées par dosimétrie à l'issue de la campagne de mesure.

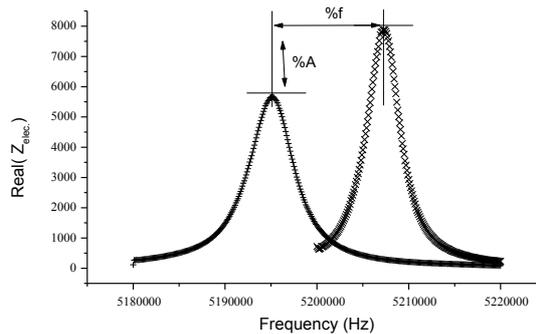
Au cours des 150 jours, les éléments piézo-électriques ont donc reçu les doses suivantes :

- $1,57 \times 10^{17}$  neutrons /  $\text{cm}^2$  en neutrons thermiques,
- $1,09 \times 10^{16}$  neutrons /  $\text{cm}^2$  en neutrons épithermiques,
- $1,58 \times 10^{16}$  neutrons /  $\text{cm}^2$  en neutrons rapides.

### - Retour sur les grandeurs analysées

Nous rappelons que l'analyse de la réponse électrique des systèmes piézo-électriques se fait à partir du suivi de l'impédance électrique.

Les courbes impédances en fonction de la fréquence sont un bon indicateur des caractéristiques de résonance d'un élément piézo-électrique ou d'un système multicouches. Ce sont ces courbes qui seront mesurées expérimentalement en continu tout au long de l'irradiation.



**Figure 57 : Grandeurs mesurées : variations de fréquence et d'amplitude à la résonance.**

Par ailleurs, à partir de ces courbes de réponse, il est possible d'ajuster les paramètres caractéristiques de la réponse d'un élément piézo-électrique autour de sa résonance, et de suivre sous irradiation, par post-traitement, leur évolution.

Les huit équations d'état présentées dans le tableau X relient des variables électriques (induction électrique D ou champ électrique E) à des variables mécaniques (déformation S ou contrainte T). Elles illustrent le phénomène de couplage entre l'énergie élastique et l'énergie électrique d'un matériau piézo-électrique. Trois types de coefficients interviennent :

- des coefficients purement électriques,
- des coefficients purement mécaniques,
- des coefficients mixtes qui traduisent le couplage entre les grandeurs électriques et les grandeurs mécaniques.

$D = \epsilon^T E + d^T T$	$S = s^E T + d^E E$
$E = \beta^T D - g^T T$	$S = s^D T + g^D E$
$D = \epsilon^S E + e^S T$	$T = c^E S - e^E E$
$E = \beta^S D - h^S T$	$T = c^D S + h^D E$

t en exposant représente la transposée au sens matriciel ; ( )<sup>x</sup> indique que la grandeur considérée est mesurée ou calculée à x constant ou nul.

**Tableau X. Equations piézo-électriques**

Le tableau XI précise les grandeurs électriques, mécaniques et piézo-électriques utilisées dans les équations d'états.

Abréviation	Dénominations	Types de grandeur
D	Déplacement électrique ou inductif C/m <sup>2</sup>	<b>ELECTRIQUE</b>
E	Champ électrique V/m	
ε	Permittivité électrique F/m	
β	Constante d'imperméabilité diélectrique m/F	
S	Déformation relative	<b>MECANIQUE</b>
T	Contrainte N/m <sup>2</sup>	
s	Compliance ou susceptibilité élastique m <sup>2</sup> /N	
c	Raideur ou constante élastique N/m <sup>2</sup>	
d	Constante piézo-électrique qui traduit la proportionnalité entre la charge et la contrainte à champ nul ou constant C/N ou m/V	<b>PIEZO-ELECTRIQUE</b>
e	Constante piézo-électrique qui traduit la proportionnalité entre la charge et la déformation à champ nul ou constant C/m <sup>2</sup> ou N/V.m	
g	Constante piézo-électrique qui traduit la proportionnalité entre la contrainte et le champ à induction constant ou nulle V.m/N ou m <sup>2</sup> /C	
h	Constante piézo-électrique qui traduit la proportionnalité entre la déformation et le champ résultant à induction nulle ou constante m/V ou N/C	

**Tableau XI. Grandeurs électriques, mécaniques et piézo-électriques.**

Pour simplifier l'analyse, nous présentons les variations de deux paramètres représentatifs de l'élément piézo-électrique à trois moments de la campagne d'irradiation. Ces paramètres sont la vitesse acoustique  $c_{piézo}$  (m/s) et le coefficient de couplage effectif  $k$  qui dépendent uniquement des caractéristiques de l'élément piézo-électrique.

$$c_{piézo} = \sqrt{\frac{c^D}{\rho}} \quad (10)$$

avec  $\rho$ , masse volumique du matériau.

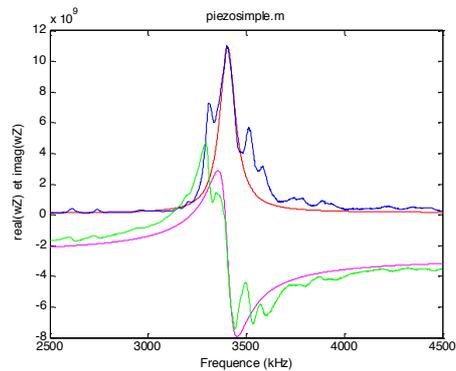
$$k = \sqrt{\frac{c^D - c^E}{c^D}} = \frac{e}{\sqrt{\epsilon^S * c^D}} \quad (11)$$

Ces deux paramètres sont de bons indicateurs du fonctionnement de l'élément. Les valeurs de ces paramètres sont comparées avant irradiation, à 50 jours et à 150 jours d'irradiation.

Un exemple de résultats est présenté ci-après, lors de l'analyse sous flux neutronique. La même procédure a été mise en place pour l'ensemble d'éléments testés et avait été proposée lors de l'irradiation gamma. Il s'agit du suivi de la réponse d'un élément PZ27 de 6 mm de diamètre et 0,66 mm d'épaisseur, qui était positionné sur la voie 17 du système d'acquisition [RAP13].

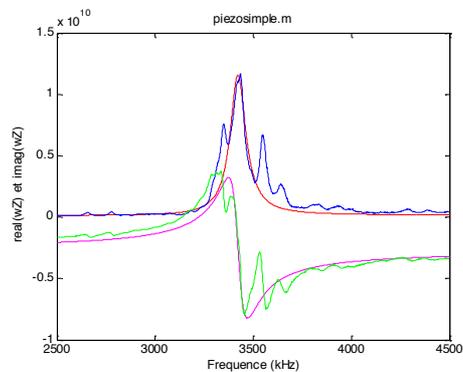
### Première acquisition après introduction avant irradiation

$$c_{piezo} = 4.49e+003 + 6.42e+001i \text{ m/s}$$
$$k = 0.37 - 0.0062i$$



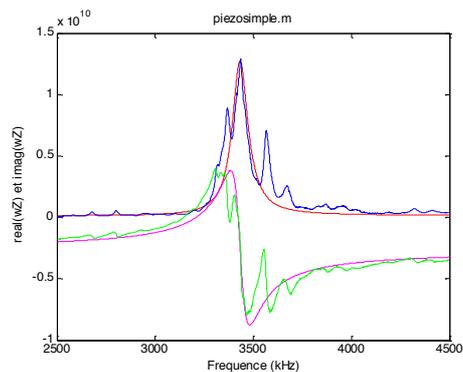
### 50 jours d'irradiations (voie17\_7820)

$$c_{piezo} = 4.52e+003 + 6.45e+001i \text{ m/s}$$
$$k = 0.38 - 0.0064i$$



### 150 jours d'irradiations (voie17\_100)

$$c_{piezo} = 4.53e+003 + 6.47e+001i \text{ m/s}$$
$$k = 0.39 - 0.0067i$$



Les variations sont inférieures à 10 % pour  $k$  et inférieures à 1% pour  $c_{piezo}$ .

La courbe bleue est la partie réelle expérimentale de l'impédance électrique, la courbe verte, la partie imaginaire. Les courbes rouges sont les ajustements théoriques. Nous pouvons remarquer que la courbe expérimentale n'est pas une gaussienne parfaite, à cause de la présence de mode de vibrations parasites qui, dans cette gamme de fréquences, ne perturbent pas les mesures.

La conclusion principale est que les éléments ont résisté et **leur fonctionnement a été vérifié pour des flux de  $1,57e^{17}$  neutrons /  $cm^2$  en neutrons thermiques,  $1,09e^{16}$  neutrons /  $cm^2$  en neutrons épithermiques,  $1,58e^{16}$  neutrons /  $cm^2$  en neutrons rapides.**

**C'est le résultat positif de cette étape des travaux qui nous a permis d'envisager l'utilisation des capteurs acoustiques en réacteur expérimental.** Nous nous sommes alors attachés à développer un capteur spécifique qui puisse être intégré dans un dispositif destiné à des mesures en réacteur. Cela nous a conduit à l'expérience REMORA 3.

Je propose de revenir rapidement sur ce développement pour montrer comment en quelques années nous avons réalisé des capteurs fiables et utilisables sur site.

### **1.2.5 Développement d'un capteur spécifique et optimisation des mesures acoustiques en réacteurs expérimentaux [RAP19, RAP22-23, RAP32-34, RAP56-57, RAP63-64, RAP69-70]**

Cette section synthétise les travaux concernant la conception de capteurs acoustiques pour les expériences d'irradiation en réacteurs expérimentaux. Elle présente une partie des différents choix technologiques envisagés au cours de la collaboration.

La conception de ce dispositif imposait de répondre à plusieurs questions :

- le choix du couplage (liquide, contact, etc.) imposant une conception particulière du système,
- le choix des éléments piézo-électriques, en fonction des résultats de l'étude en température et des contraintes thermiques propres à l'irradiation.

Des exigences imposées par le dispositif devaient aussi être prises en compte (encombrement, nature des câbles, environnement, etc). Des prototypes ont été réalisés au laboratoire afin notamment d'étudier les points précédents. La participation de l'IES dans la conception finale du dispositif a essentiellement consisté à transférer les choix validés sur les prototypes. La conception mécanique, les choix technologiques, et les plans ont été réalisés par le CEA avec validation de l'aspect fonctionnel acoustique par l'IES.

Enfin, les capteurs finaux ont été réalisés par la société THERMOCOAX, qui réalise des intrumentations spécifiques pour le CEA.

#### **- L'existant**

Dans le cadre de la première collaboration avec le CEA, un prototype avait été développé en laboratoire afin d'avoir un démonstrateur permettant de tester différentes solutions (épaisseur de la plaque de fermeture de cavité, couplant, élément piézo-électrique, etc.).



**Figure 58. Premier prototype du montage destiné à tester différentes solutions technologiques pour un capteur acoustique de mesure de composition des gaz**

Une solution cylindrique avait été adoptée dans l'idée de se rapprocher de la conception finale. La taille de la cavité était déjà proche de la dimension finale, à savoir un cylindre d'environ 10 mm de diamètre et 15 mm de profondeur.

#### **- Cadre des travaux**

La première instrumentation devait être validée sur une expérience nommée MUSICA. Cette expérience était prévue pour accueillir deux capteurs acoustiques de mesure de composition de gaz mixte, et son irradiation à OSIRIS était planifiée pour mi-2008 (l'expérience a eu lieu au dernier trimestre 2013). Dès 2007, l'IES et le CEA ont réfléchi sur la géométrie des assemblages de test. Une des difficultés rencontrées était de réaliser une conception qui laisse quelques libertés car des travaux étaient en cours pour finaliser certains choix.

Comme nous l'avons vu, en Juillet 2007, une nouvelle expérience nommée REMORA 3 a été présentée ainsi que son impact sur l'expérience MUSICA. L'expérience REMORA 3 devra constituer la qualification finale du système de mesure, à travers la mesure de la composition du relâchement des gaz de fission d'un crayon combustible MOX.

La conception des capteurs acoustiques prévus pour les expériences MUSICA et REMORA doit donc être adaptée afin de respecter les contraintes de mise en pile des expériences dans le réacteur OSIRIS.

#### **- Prototype laboratoire**

Dans le but de se rapprocher des contraintes dimensionnelles liées aux expériences d'irradiation d'OSIRIS, un nouveau prototype a été réalisé par l'IES.



**Figure 59. Prototype laboratoire réalisé en 2007**

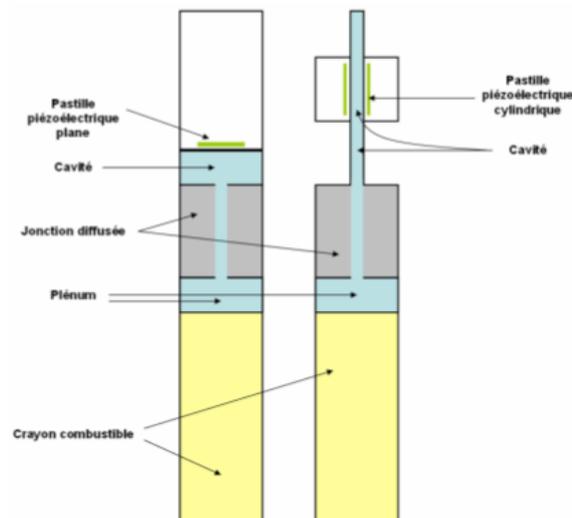
Ce montage permet notamment d'adapter différentes lames séparatrices pour fermer la cavité. L'étanchéité est assurée par un joint. Une amélioration a été réalisée en supprimant tous les orifices (arrivée et départ des gaz) dans la cavité. Ces orifices étaient des sources de dispersion acoustique. Une attention particulière a été portée au parallélisme de la plaque de fermeture mais aussi à celui des faces de la cavité.

#### **- Réflexion sur le choix du type de capteurs**

Une conception proche de l'assemblage utilisé au laboratoire de l'IES (propagation axiale des ondes acoustiques dans la cavité) a ainsi été proposée début 2007. En effet, ce dernier assemblage a permis de valider expérimentalement certains choix technologiques. Toutefois, l'IES a proposé d'étudier une adaptation de conception proche de celle utilisée

pour la mesure sur les crayons combustibles (mesure en propagation radiale). Cette solution n'a pas été retenue dans le projet pour des raisons de planning et d'impossibilité de la tester dans des temps acceptables.

Les 2 concepts distincts envisagés sont illustrés ci-dessous :



**Figure 60. 2 concepts envisagés pour la mesure du relâchement des gaz de fission**

Dès fin 2007, le CEA impose une géométrie plane pour REMORA 3 et donc pour MUSICA, car il s'agit de la seule géométrie pour laquelle le retour d'expérience est important.

#### **- Premiers éléments de conception du capteur acoustique – Septembre 2007**

Une première série de plans d'ensemble et de détail sont proposés par le CEA en Septembre 2007. Ils ont été discutés afin de converger sur les contraintes expérimentales sous irradiation. Un exemple est donné sur la figure 61. Cet avant-projet propose pour la première fois le principe d'une cavité hermétique soudée (SER02) avec arrivée de gaz, et un élément piézo-électrique couplé sur la partie supérieure de la cavité.

Le dimensionnement de la cavité permet de travailler avec des ondes acoustiques longitudinales. La cavité possède un diamètre de 10 mm et une profondeur de 15 mm. Cette dimension est un bon compromis pour la mesure des vitesses des gaz envisagées. Nous rappelons qu'en effet la fréquence mesurée pour calculer la composition des gaz est fonction de la vitesse du gaz mais aussi de la dimension de la cavité. La cavité sera fermée et rendue hermétique par la soudure SER02 sur la figure 61.

Tous les choix technologiques n'étant pas encore réalisés, nous souhaitons pouvoir utiliser ce montage pour optimiser l'assemblage destiné à être mis en pile à OSIRIS. Par exemple, des travaux concernaient :

- l'épaisseur des lames séparatrices (fermant hermétiquement la cavité et adaptant l'impédance du système résonant),
- la nature des éléments piézo-électriques (de type PZ27 ou PZ46), et leur différentes épaisseurs,
- le couplage entre l'élément piézo-électrique avec la lame séparatrice.

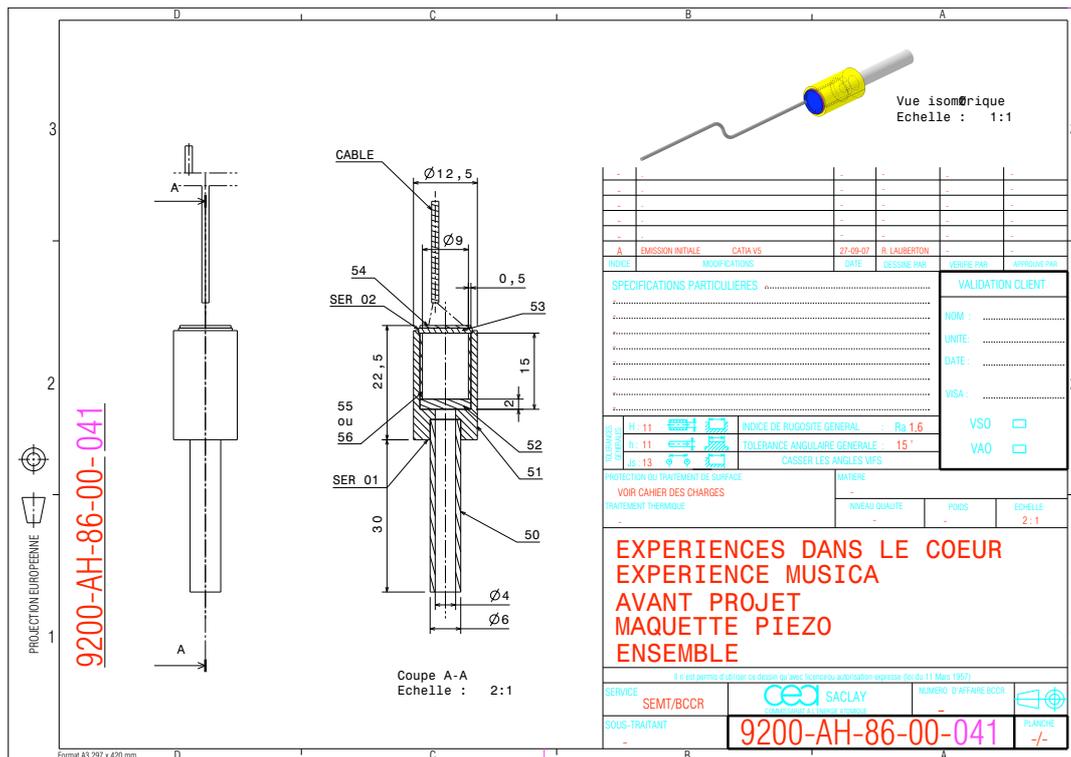


Figure 61. Avant-projet de la maquette du capteur acoustique.

Pour réaliser ces essais, il était prévu d'adapter la cage pour le remplissage en gaz. Il a été proposé de :

- percer la partie inférieure pour le remplissage en gaz,
- insérer et souder un tube de 6 mm (ext.) pour adapter l'assemblage aux raccords SWAGELOK du banc de test (le tube devra déboucher sur 30 mm).

La cage modifiée de la sorte impose d'ajouter deux nouvelles pièces pour le bon fonctionnement du capteur acoustique. En effet, la position du trou au fond de la cage pour le remplissage en gaz perturbe la réponse acoustique. Il a fallu donc ajouter une pièce de type pastille d'épaisseur environ 2 mm (comme sur le dispositif en test à l'IES) pour masquer la perturbation. De plus, il faut maintenir cette pièce au fond de la cage par une bague afin d'assurer le positionnement de la pastille.

Le CEA devait se charger de faire réaliser ces prototypes. Mais les contraintes du projet REMORA 3 ont conduit à intégrer directement ces réflexions sur une maquette plus proche du capteur final.

### - Conception du capteur pour l'expérience REMORA 3

L'expérience REMORA 3 étant dimensionnante pour la conception des capteurs, ce sont les contraintes de cette expérience qui ont permis le dimensionnement des capteurs pour l'expérience MUSICA.

Le tableau suivant montre les différentes contraintes des 2 expériences ainsi que les contraintes communes pour la conception et le bon fonctionnement des capteurs acoustiques :

REMORA 3	Contraintes intrinsèques au capteur	MUSICA
Environnement eau à 130 °C	Profondeur de la cavité > 10×épaisseur de la pastille piézo-électrique	Environnement NaK (métal liquide)
Traversée du gaz dans le capteur acoustique pour le capteur de pression à contre pression haute-pression	Ajout d'une pièce pour masquer l'arrivée du gaz au fond de la cavité	Diamètre maximum d'environ 20 mm
Passage du gaz à travers la cavité privilégiée	Ajout d'une pièce maintenant la pièce masquant l'arrivée de gaz au fond de la cavité	
Diamètre maximum de 16,25 mm et longueur maximum de 80 mm	Contraintes de parallélisme entre la pièce fermant la cavité et la pièce masquant l'arrivée de gaz dans la cavité < 5 µm	
Décentrage du corps du capteur acoustique pour optimiser l'encombrement	Brasure « basse température » pour l'assemblage de la pastille piézo-électrique à la pièce fermant la cavité	
Câble minéral de diamètre maximum de 1 mm	Dimensionnement de la pièce fermant la cavité en fonction de la pression maximum admissible	
Connecteur céramique métal pour s'assurer que les produits de fission ne remontent pas à travers le câble		

**Tableau XI. Contraintes expérimentales pour la conception et le bon fonctionnement des capteurs acoustiques.**

Le CEA a donc proposé une nouvelle conception pour les capteurs acoustiques au cours du premier trimestre 2008.

La quasi-totalité de la conception est validée. Quelques précisions sont apportées avant de lancer la fabrication. Il est notamment question que le diamètre intérieur de la cavité soit de 10 mm minimum, ce qui correspond au diamètre de l'élément piézo-électrique. A cause des contraintes imposées par le dispositif GRIFFONOS accueillant l'expérience REMORA 3, les épaisseurs des différentes structures sont réduites par rapport au prototype proposé par l'IES. Une attention particulière a été portée sur la planéité des faces de la cavité et leur parallélisme (le non respect de ces contraintes étant source de pertes acoustiques). Des tolérances de l'ordre de 5 microns ont été demandées sur ces cotes. Enfin, la nature du câble de transmission des signaux a été étudiée. Lors des études, seul un câble de type coaxial adapté 50 Ω de diamètre 1,4 mm a été utilisé. Pour répondre aux exigences de l'expérience REMORA 3, ont été testés des câbles à isolant minéral de diamètre 1 mm. Les paires Cu-Cu ont été retenues car le cuivre est peu résistif et la société THERMOCOAX fabrique ce type de câble spécifique.

A ce stade de l'étude, le choix de l'élément piézo-électrique et du couplage a été réalisé. Il s'agit d'un piézo-électrique PZ 27 et d'un couplage par brasure Ag -Sn (220°C) sur lame inox de 2 mm d'épaisseur. Il convenait donc de s'assurer que la soudure laser proposée pour fermer la cavité n'altérerait pas cette brasure.

Le CEA proposait par ailleurs des modifications de design de la cavité pour faciliter le passage des gaz. L'IES a donc adapté sur le prototype de test de laboratoire des cavités représentatives de la demande CEA. Il a été montré qu'il n'y a pas d'influence du fait de cette modification de géométrie.

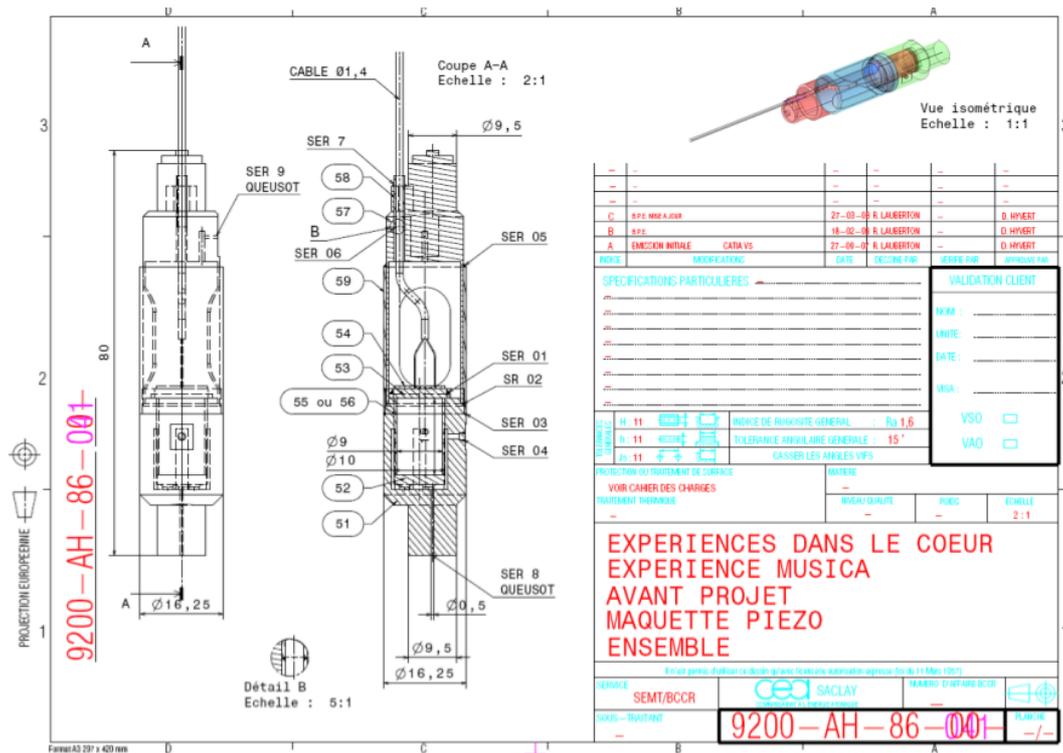


Figure 62. Première version du schéma d'ensemble du capteur acoustique

Un industriel consulté par le CEA, THERMOCOAX, a été désigné pour réaliser la fabrication et le montage de ces capteurs acoustiques.

### - Dispositif final

Les plans finaux des montages MUSICA et REMORA 3 ont été réalisés par THERMOCOAX suite à différentes fiches de modifications des plans approuvées par le CEA et l'IES. L'IES souhaitait que les capteurs soient réalisés un par un, en utilisant le retour d'expérience du capteur précédent, pour améliorer le suivant dans une démarche itérative. Des contraintes liées au respect de délais dans le projet REMORA 3 ont conduit le CEA à faire un choix différent, en proposant la fabrication simultanée de l'ensemble des capteurs MUSICA et REMORA 3.



Figure 63. Capteur MUSICA.

Les capteurs seront toutefois montés en plusieurs étapes après qualification des premiers montages. Dans la pratique, THERMOCOAX a fourni à l'IES 24 lames séparatrices en inox d'épaisseur 2 mm. L'IES a brasé des éléments PZ27 sur ces lames et a choisi les 8

meilleurs assemblages qui seront utilisés pour le montage des capteurs par THERMOCOAX. L'IES est intervenu pour la qualification des capteurs une fois montés, le choix final de l'affectation des capteurs sur les différentes expériences et toutes les phases d'étalonnage et de préparation des expériences.

Il a donc fallu un peu plus de 3 années pour concevoir et réaliser de capteurs acoustiques pour la caractérisation du relâchement des gaz de fission de crayons combustibles irradiés en réacteurs expérimentaux. Cela a conduit au dépôt d'un brevet en juillet 2008 [BRE2]. Les dispositifs finaux ont été réalisés (Février 2009) par la société THERMOCOAX.

La réalisation itérative d'une série de prototypes industriels (un travail plus long de conception donc) aurait pu permettre d'optimiser ces capteurs, mais notre planning a été soumis aux contraintes de l'expérience REMORA 3. Cela a figé certains choix technologiques qui pourront être remis en cause dans les futures versions. Cela nous a quand même permis d'aboutir à la réalisation de capteurs pour une gamme de températures inférieures à 220°C. La validation du fonctionnement a été réalisée avec la réussite de l'expérience REMORA 3.

### 1.2.6 Conclusion

#### En quelques dates :

- 2003 : campagne de test de la tenue d'éléments piézo-électriques sous flux gamma.
- 2006 : campagne de test du fonctionnement d'éléments piézo-électriques sous flux neutroniques (réacteur BR1, Mol, Belgique).
- 2008 : conception du dispositif pour mesures en réacteur et dépôt d'un brevet.
- 2011 : premier suivi mondial en ligne en réacteur expérimental (OSIRIS, CEA Saclay) du relâchement des gaz de fission lors de l'expérience REMORA 3 avec un capteur acoustique.

#### Bilan :

<b>Production Scientifique :</b> ACL26, ACL29, BRE2, ACTI16, ACTI17, ACTI22, ACTI24, ACTI26, ACTI29, COM5, COM12, COM14, COM15, AFF7, AFF14, AFF15, AFF17, AFF19, SEM1	<b>Partenariats :</b> <b>CEA :</b> IND2, IND6, IND8, IND11, IND13, IND18, IND20, IND21, IND22
<b>Rapports :</b> RAP2, RAP6-7, RAP9, RAP11, RAP13, RAP19, RAP21-39, RAP42-48, RAP55-57, RAP59-66, RAP68-71	<b>Thèse :</b> THES8 <b>Stages :</b> ST15, ST18, ST27, ST30, ST32

#### Continuité du partenariat :

2001	2002	2003	2004	2005	2006	2007	2008	2009	2010	2011	2012	2013	2014	2015
IND2														
		IND6												
					IND8									
							IND11							
								IND13		IND20	IND21			
									IND18					
												IND22		



## 2. Développement de capteurs et dispositifs acoustiques pour la caractérisation de matériaux viscoélastiques

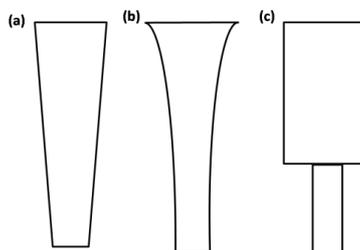
Ce second volet de mes activités de recherche regroupe les travaux liés à la conception et à la réalisation de dispositifs ultrasonores spécifiques (fabrication de capteurs, acquisition et traitement du signal) dédiés à l'analyse et à la caractérisation de matériaux complexes viscoélastiques. Au delà du développement des dispositifs cela intègre aussi la prise en compte de l'interaction physique entre capteurs et matériaux et la propagation des ondes ultrasonores dans ces milieux. Je présenterai ces activités en m'intéressant notamment aux applications dans les domaines de la Biologie-Santé et de l'Agronomie.

### 2.1 Systèmes résonants pour la caractérisation viscoélastique de matériaux

#### 2.1.1 Introduction

Dans la littérature nous rencontrons plusieurs travaux concernant les conditions de résonance des pavillons acoustiques. Nous pouvons citer, à titre d'exemple, les travaux de L. Merkulov [REF29] qui a étudié un pavillon formé de trois étages à sections variables, les travaux de D. Ensminger [REF30] et E. Eisner [REF31] qui ont étudié des pavillons coniques ou encore les travaux de L. Merkulov [REF32], E. Eisner [REF33, REF34] qui se sont intéressés à d'autres formes diverses.

Au niveau du laboratoire, des capteurs utilisant des tels pavillons sont introduits avec le travail de thèse de Ch. Prugne [REF35]. Il concerne l'étude d'une sonde résonante en champ proche<sup>3</sup> et ses applications à la microscopie et présente une étude détaillée sur trois sondes possédant différentes géométries : conique, exponentielle et étagée. Ces trois formes de sondes sont schématisées sur la figure 64. En ce qui concerne la transformation d'impédance (grandeur caractéristique de ce type de système), il a montré que le pavillon étagé est le plus avantageux. Ceci vient du fait qu'il présente une amplification beaucoup plus importante, égale au rapport des sections. En réalité, amplifier la vitesse particulière en pointe du pavillon correspond à diminuer la pression. Ce phénomène est très important car c'est lui qui conditionne la sensibilité du pavillon. Il a montré aussi qu'il n'existe pas un capteur universel adapté à un large domaine d'application et qu'il était nécessaire de procéder à l'optimisation des capteurs.



**Figure 64. Exemple de pavillons acoustiques: (a) cône, (b) exponentiel et (c) étagé. La fréquence de résonance de tels pavillons est fonction de la vitesse des ondes dans le matériau et des dimensions : typiquement des capteurs d'une dizaine de cm en métal résonant aux alentours de 50 kHz.**

<sup>3</sup> La notion de champ proche réfère au fait que les dimensions de l'émetteur ainsi que les distances entre la source et l'objet sont très inférieures aux longueurs d'ondes utilisées.

Plusieurs prototypes, fonctionnant dans la gamme de 20 à 50 kHz ont été développés, des applications notamment pour la mesure des propriétés de liquides proposées et un brevet déposé [REF36]. Les capteurs alors développés sont l'association des deux cylindres résonants, de diamètres différents. Le cylindre inférieur est par la suite appelé pointe et constitue la partie au contact du matériau. J. Van Est [REF37] a orienté son travail de thèse vers le développement des capteurs et l'amélioration de l'instrumentation pour obtenir des informations sur la viscosité et la densité du matériau analysé.

Mes travaux de thèse [DOCT1] s'inscrivent directement dans cette continuité avec le développement d'un dispositif expérimental pour la caractérisation locale des propriétés viscoélastiques des matériaux. L'objectif général visé est donc d'approfondir la connaissance de la technique, au niveau du capteur et de l'instrumentation, afin de développer des applications dans le domaine de la caractérisation de matériaux. Durant ma thèse, j'ai développé une modélisation de l'interaction entre la pointe du capteur et le milieu dans lequel elle était immergée. L'objectif était de modéliser l'impédance créée par le milieu en bout de pointe en tenant compte de l'interaction physique entre la pointe et le milieu. Cette impédance est ensuite ramenée sur les faces de l'élément piézo-électrique par un modèle de transfert d'impédance dans le pavillon, puis traduite en impédance électrique, grandeur de mesure. M. Rguiti [THES1] a poursuivi ces travaux en optimisant les sondes pour la caractérisation des propriétés locales de matériaux viscoélastiques par mesure de la fréquence de résonance et de l'amortissement. Son approche a présenté non seulement un intérêt pour une meilleure compréhension du fonctionnement des oscillateurs couplés (pavillon étagé) mais aussi pour une future intégration dans des systèmes électroniques plus complexes. Il a présenté aussi une étude de la sensibilité du système en fonction de la géométrie, ouvrant ainsi la possibilité d'optimiser la sonde acoustique pour des applications choisies.

La technique résonante, développée par notre équipe, utilise un capteur résonant étagé constitué d'une partie métallique cylindrique terminée par une portion de section plus faible, immergée dans le milieu à caractériser (Figure 65). L'excitation de l'élément piézo-électrique est réalisée par un signal électrique basse fréquence (quelques dizaines de kHz). Ce signal alimente le transducteur piézo-électrique et est converti en onde acoustique. Cette onde mécanique excite le système résonant qui entre en résonance pour des fréquences données. La résonance du système à vide (cas dans l'air) est modifiée par l'interaction entre la sonde et le milieu environnant (Figure 66). Ce dispositif résonant est très sensible à l'environnement qu'il soit solide ou liquide. Les caractéristiques de résonance sont détectées par un balayage en fréquence et une mesure de l'impédance électrique complexe aux bornes de l'élément piézo-électrique. Il s'agit de la fréquence de résonance de la sonde à l'air ( $f_0'$ ) et de la sonde immergée dans le matériau ( $f_m'$ ), ou de la variation de la fréquence de résonance de la sonde à vide et immergée ( $\Delta f' = f_0' - f_m'$ ) et des facteurs de qualité  $f_0''$  (à l'air),  $f_m''$  (immergée) ou  $\Delta f'' = f_0'' - f_m''$  (variation des facteurs de qualité de la sonde à vide et immergée).

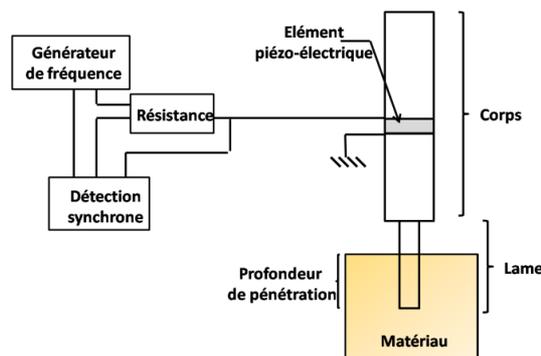


Figure 65. Capteur acoustique résonant et chaîne de mesure.

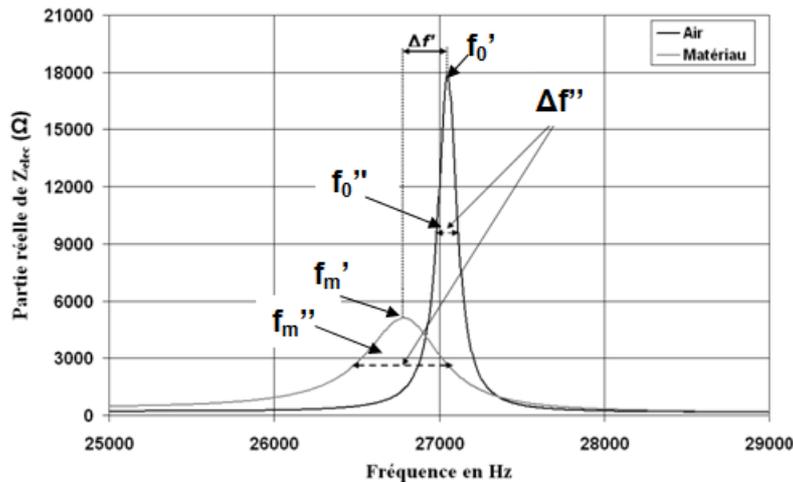


Figure 66. Partie réelle de l'impédance électrique ( $Z_{elec}$ ), à l'air (—) et lorsque la sonde est immergée dans le matériau d'étude (—).

Pour réaliser une mesure des caractéristiques d'un matériau (grandeurs d'intérêt), il faut les relier aux caractéristiques de résonance électrique du capteur (grandeurs de mesure).

Nous pouvons décomposer la modélisation complète du fonctionnement du capteur résonant en trois étapes:

- **étape 1** – La modélisation de l'interaction mécanique capteur/milieu, où les données d'entrées sont les propriétés du milieu et la configuration expérimentale et la donnée de sortie est l'impédance de charge mécanique  $Z_{charge}$  (paramètre qui représente l'interaction capteur/milieu).
- **étape 2** – La modélisation du transfert des impédances dans un capteur résonant [REF38], où un modèle unidimensionnel est suffisant. Cela permet d'obtenir  $Z_1$  et  $Z_2$ , impédances sur les deux faces de l'élément piézo-électrique.
- **étape 3** – La modélisation de la transduction électromécanique qui permet de calculer l'impédance électrique complexe aux bornes de l'élément piézo-électrique du résonateur à partir des impédances mécaniques sur les faces.

Toutes les étapes décrites précédemment sont schématisées sur la figure 67.

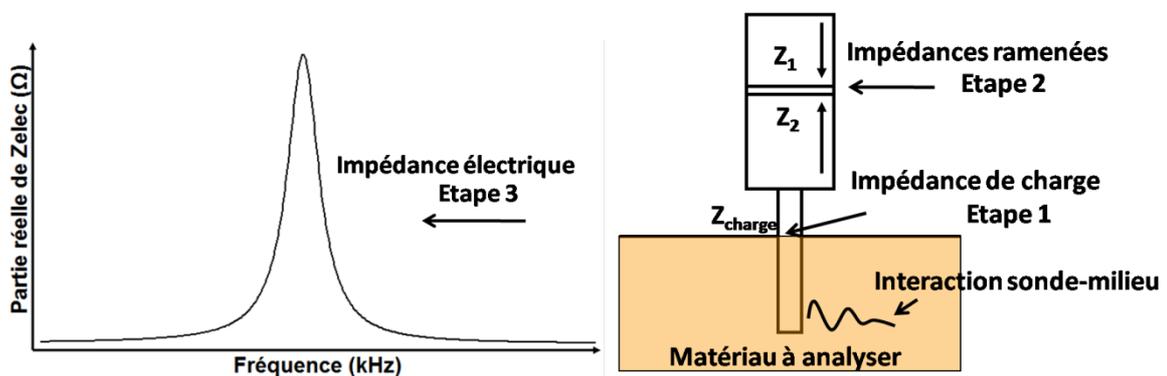


Figure 67. Schéma des trois étapes de la modélisation.

Nous allons détailler ces 3 étapes. Tout d'abord, nous commencerons par l'étape 3, en modélisant l'élément piézo-électrique afin de relier les grandeurs expérimentales mesurées et les grandeurs physiques recherchées.

### 2.1.2 Réponse électrique des capteurs

Dans cette partie nous allons rappeler brièvement comment l'expression de l'impédance électrique d'un transducteur piézo-électrique peut être obtenue. Pour des détails sur les calculs, il conviendra de se reporter à l'ouvrage de D. Royer [REF39].

Le phénomène de la piézoélectricité se manifeste par la conversion de l'énergie mécanique en énergie électrique et vice-versa. Par conséquent, le fonctionnement d'un transducteur piézo-électrique est toujours décrit par un couple d'équations d'état. Dans la littérature [REF40], nous rencontrons 8 formes différentes d'écriture (cf. tableau X). Nous avons choisi d'utiliser le couple d'usage le plus courant :

$$T = Y^E S - eE \quad (12)$$

$$D = \varepsilon^S E + eS \quad (13)$$

avec  $S = \frac{\partial u}{\partial x}$

$T$  est la contrainte mécanique,  $Y^E$  est le module d'Young à champ électrique nul,  $e$  est la constante piézo-électrique qui traduit la proportionnalité entre la déformation et l'induction à champ électrique nul,  $D$  est l'induction,  $\varepsilon^S$  est la permittivité à déformation nulle,  $S$  est la déformation et  $u$  le déplacement.

Les expressions citées précédemment, en principe tensorielles, peuvent être considérées comme algébriques en raison du caractère unidimensionnel de notre étude. Ces deux expressions fournissent la contrainte mécanique  $T$  et l'induction  $D$  en fonction du champ électrique  $E$  et de la déformation  $S$ . La première des équations traduit l'apparition d'un état de contrainte lorsque l'élément piézo-électrique est polarisé. La seconde équation traite du phénomène inverse : la polarisation de l'élément piézo-électrique lorsqu'il est soumis à une contrainte mécanique.

En utilisant l'équation de Poisson  $\partial D / \partial x = \rho$  et l'équation de la conservation de la charge  $\partial D / \partial t = I(t) / A = J(t)$  (en considérant le solide comme isolant), nous pouvons réécrire la première des équations en fonction de l'induction  $D$ :

$$T = Y^D S - hD \quad (14)$$

avec  $h = \frac{e^S}{e}$  et  $Y^D = Y^E \left(1 + \frac{e^2}{\varepsilon^S Y^E}\right) = Y^E (1 + K^2)$

où  $Y^D$  est le module d'Young à induction nulle,  $h$  est la constante piézo-électrique qui traduit la proportionnalité entre la déformation et le champ électrique et  $K$  est le coefficient de couplage électromécanique.

### 2.1.3 Détermination des équations électromécaniques et de l'impédance électrique

A une dimension, l'équation fondamentale de la dynamique s'écrit :

$$\frac{\partial T}{\partial x} = \rho_p \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \quad (15)$$

avec  $x$  la direction de propagation,  $u$  la composante de vecteur déplacement selon l'axe  $x$  et  $\rho_p$  la masse volumique.

En dérivant l'équation  $T = Y^D S - hD$  par rapport au temps, et en exprimant la vitesse particulière  $v = \partial u / \partial t$ , nous obtenons :

$$\frac{\partial T}{\partial t} = Y^D \frac{\partial y}{\partial x} - \frac{h}{A} I(t) \quad (16)$$

En utilisant cette relation, nous pouvons réécrire l'équation de la dynamique uniquement en fonction de la vitesse :

$$\rho_p \frac{\partial^2 v}{\partial t^2} = Y^D \frac{\partial^2 v}{\partial x^2} \quad (17)$$

On reconnaît l'expression de l'équation des ondes de d'Alembert dont la solution, en éliminant le temps (régime harmonique), est la somme de deux ondes planes se propageant en sens inverse à la vitesse de phase  $c_p = \sqrt{Y^D / \rho_p}$  :

$$v = ae^{-ik_p x} + be^{ik_p x} \quad (18)$$

avec  $a$  et  $b$ , constantes imposées par les conditions aux limites et  $k_p = \omega / c_p$  le nombre d'onde (solution en régime harmonique).

Nous allons considérer maintenant une tranche de l'élément piézo-électrique d'épaisseur  $d = x_2 - x_1$ , de section  $A$  excitée avec une tension  $V$ . L'élément piézo-électrique peut être considéré comme un résonateur de dimensions latérales de plusieurs longueurs d'onde avec des électrodes déposées sur ces faces opposées normales à la direction  $x$  (Figure 68). Le fonctionnement du transducteur piézo-électrique peut être décrit par un hexapôle et il peut être vu comme un réseau trois ports : deux ports mécaniques et un port électrique dont nous allons exprimer l'impédance d'entrée.

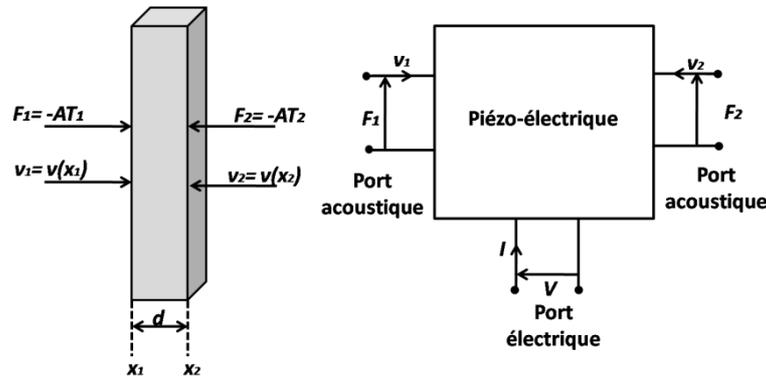


Figure 68. Tranche d'un solide piézo-électrique et sa description comme un réseau trois ports.

A partir des équations précédentes, il vient en régime harmonique :

$$T = -Z_p \left( ae^{-jk_p x} - be^{jk_p x} \right) + j \frac{h}{A\omega} I \quad (19)$$

avec  $Z_p = \rho_p c_p$  l'impédance caractéristique de l'élément piézo-électrique

Le couple d'équations donné par les relations suivantes décrit l'environnement mécanique du solide piézo-électrique, avec des forces  $F$  appliquées sur les faces 1 et 2.

$$F_1 = -AT(x_1) \quad (20)$$

$$F_2 = -AT(x_2) \quad (21)$$

En injectant la relation en régime harmonique dans le couple d'équations cité précédemment, on obtient un système linéaire dont la résolution donne  $a$  et  $b$ . Par conséquent, nous pouvons aussi exprimer les forces s'exerçant sur chacune des faces du transducteur :

$$F_1 = -jAZ_p \left( \frac{v_1}{\tan(k_p d)} + \frac{v_2}{\sin(k_p d)} \right) - \frac{jhl}{\omega} \quad (22)$$

$$F_2 = -jAZ_p \left( \frac{v_1}{\sin(k_p d)} + \frac{v_2}{\tan(k_p d)} \right) - \frac{jhl}{\omega} \quad (23)$$

A partir de cette relation, nous pouvons constater que les forces sont composées de deux termes : le premier traduit un fonctionnement purement mécanique et le second résulte du phénomène de conversion mécanique de la céramique et dépend du coefficient de couplage  $h$ .

L'expression de la tension aux bornes du transducteur peut être obtenue à partir de la circulation du champ électrique  $E$  sur l'épaisseur  $d$  de l'élément piézo-électrique comme le montre l'équation :

$$V = \int_{x_1}^{x_2} E dx = \int_{x_1}^{x_2} \left( -h \frac{\partial u}{\partial x} + \frac{D}{\epsilon S} \right) dx \quad (24)$$

Cette expression en régime harmonique, avec  $I = j\omega DA$  et  $v = j\omega u(x)$ , peut être écrite comme suit :

$$V = -j \left( \frac{h}{\omega} (v_1 + v_2) + \frac{I}{\omega C_0} \right) \quad (25)$$

$$\text{avec } C_0 = \frac{\epsilon S A}{d}$$

Ces relations peuvent judicieusement s'écrire sous forme matricielle :

$$\begin{bmatrix} F_1 \\ F_2 \\ V \end{bmatrix} = -j \begin{bmatrix} \frac{AZ_p}{\tan k_p d} & \frac{AZ_p}{\sin k_p d} & \frac{h}{\omega} \\ \frac{AZ_p}{\sin k_p d} & \frac{AZ_p}{\tan k_p d} & \frac{h}{\omega} \\ \frac{h}{\omega} & \frac{h}{\omega} & \frac{1}{\omega C_0} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} v_1 \\ v_2 \\ I \end{bmatrix} \quad (26)$$

De la matrice précédente, en introduisant  $Z_1 = \frac{F_1}{Av_1}$  et  $Z_2 = \frac{F_2}{Av_2}$  et en résolvant le système linéaire, l'expression de l'impédance électrique peut être déduite :

$$Z_{elec} = \frac{V}{I} = \frac{1}{j\omega C_0} \left[ 1 + \frac{h^2 C_0}{\omega A} \frac{j(Z_1 + Z_2) \sin k_p d - 2Z_p(1 - \cos k_p d)}{(Z_p^2 + Z_1 Z_2) \sin k_p d - j(Z_1 + Z_2) Z_p \cos k_p d} \right] \quad (27)$$

#### 2.1.4 Transfert des impédances

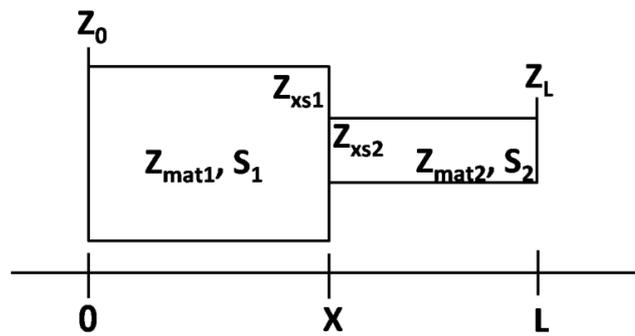
Nous avons présenté la modélisation de la transduction électromécanique qui nous a permis de calculer l'impédance électrique complexe aux bornes de l'élément piézo-électrique [REF38]. Cette transduction en impédance électrique est réalisée par l'élément piézo-électrique à partir de l'impédance acoustique. Dans cette partie, nous allons présenter la modélisation du transfert des impédances dans un pavillon acoustique où un modèle

unidimensionnel est suffisant. En effet, nous allons nous placer dans le cas de la propagation des ondes longitudinales selon l'axe d'un cylindre homogène. De ce fait, les contraintes autres que celles dirigées suivant la direction  $x$  sont nulles et les ondes longitudinales peuvent être décrites par l'équation du mouvement qui suit :

$$\frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = c^2 \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} \quad (28)$$

avec  $c = \sqrt{E/\rho}$

où  $u$  est le déplacement,  $c$  et  $\rho$  sont respectivement la célérité du son (vitesse d'élongation) et la masse volumique dans le matériau du cylindre,  $E$  représente le module d'Young. La solution de cette équation nous permet de calculer l'impédance acoustique dans le pavillon étagé. La modélisation du transfert des impédances est présentée sur la figure 69.



**Figure 69. Grandeurs nécessaires à la représentation du transfert des impédances dans un pavillon étagé,  $S_1$  et  $S_2$  étant les surfaces respectives des 2 pavillons couplés.**

Dans notre cas, nous il nous est nécessaire de préciser le transfert de charge dans un pavillon de section constante et le transfert lors d'un changement de section. Pour une section constante nous pouvons écrire, par exemple pour un pavillon de section  $S_1$  :

$$Z_0 = \frac{Z_{xs1} + jZ_{mat} \tan(k_{mat}x)}{1 + j \frac{Z_{xs1}}{Z_{mat}} \tan(k_{mat}x)} \quad (29)$$

avec  $Z_{mat} = c_{mat} \rho_{mat}$ ,  $k_{mat} = \omega / c_{mat}$  et  $\omega = 2\pi f$

où  $c_{mat}$  et  $\rho_{mat}$  sont la célérité et la masse volumique du matériau utilisé

A l'intersection des deux surfaces du pavillon étagé, la vitesse des particules et les forces appliquées sur les deux côtés sont les mêmes. Par conséquent, lors d'un changement de section nous pouvons écrire l'impédance acoustique comme suit :

$$Z_{xs1} = \frac{S_2}{S_1} Z_{xs2} \quad (30)$$

En utilisant ces deux relations, nous pouvons maintenant écrire les expressions complètes du transfert des impédances pour une sonde étagée immergée dans le matériau à étudier. En utilisant les paramètres présentés sur la figure 70, dans le cas d'une pointe de longueur  $x_3$  immergée d'une profondeur  $x_p$ , l'impédance ramenée en  $Z_2$  s'écrit :

$$Z_2 = \frac{\frac{S_3}{S_2} \left( \frac{Z_{charge} + jZ_{lame} \tan(k_{lame}(x_3 - x_p))}{1 + j \frac{Z_{charge}}{Z_{lame}} \tan(k_{lame}(x_3 - x_p))} \right) + jZ_{corps} \tan(k_{corps} x_2)}{1 + \frac{j \left( \frac{Z_{charge} + jZ_{lame} \tan(k_{lame}(x_3 - x_p))}{1 + j \frac{Z_{charge}}{Z_{lame}} \tan(k_{lame}(x_3 - x_p))} \right) \tan(k_{corps} x_2)}{Z_{corps}}} \quad (31)$$

où  $Z_{charge}$  est l'impédance due au matériau étudié,  $Z_{lame}$  l'impédance acoustique de la lame et  $Z_{corps}$  l'impédance acoustique du matériau qui compose le corps de la sonde.

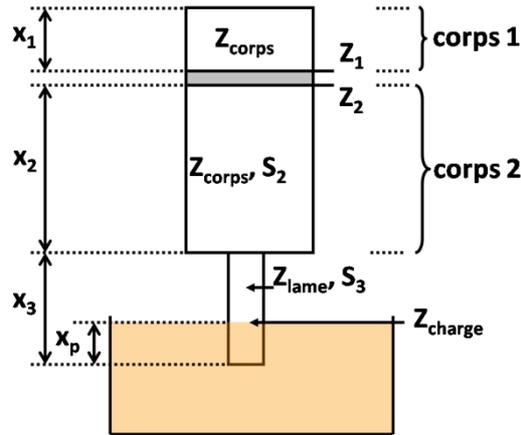


Figure 70. Schéma du pavillon étagé utilisé dans cette étude.

Pour obtenir le modèle complet du pavillon étagé, nous ajoutons derrière l'élément piézo-électrique l'impédance acoustique d'un cylindre de longueur  $x_1$  sans charge à l'extrémité :

$$Z_1 = jZ_{corps} \tan(k_{corps} x_1) \quad (32)$$

Une fois modélisée l'impédance acoustique des faces arrière et avant de l'élément piézo-électrique ( $Z_1$  et  $Z_2$ ), l'impédance électrique peut être calculée à partir de :

$$Z_{elec} = \frac{V}{I} = \frac{1}{j\omega C_0} \left[ 1 + \frac{h^2 C_0}{\omega A} \frac{j(Z_1 + Z_2) \sin k_p d - 2Z_p(1 - \cos k_p d)}{(Z_p^2 + Z_1 Z_2) \sin k_p d - j(Z_1 + Z_2) Z_p \cos k_p d} \right] \quad (33)$$

### 2.1.5 Modélisation de l'impédance de la charge

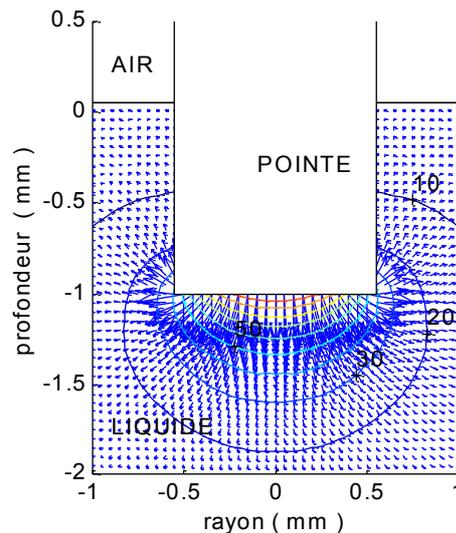
Une fois modélisée l'impédance acoustique ramenée à l'élément piézo-électrique et la transduction de cette impédance mécanique en impédance électrique (commune à tous nos capteurs), nous allons nous intéresser au calcul de l'impédance de la charge. Cette impédance dépend des applications et donc de la nature de l'interaction entre le capteur et le matériau à analyser.

Il est possible de donner un aperçu des interactions que nous avons été amenés à traiter aux cours de ces dernières années.

Lors de mes travaux de thèse [DOCT1], il s'agissait essentiellement d'une interaction complexe de type cylindre en contact avec un liquide. La pointe interagit de deux manières avec un liquide : par des ondes de pression en bout de pointes et des ondes de cisaillement

dues au mouvement de la surface latérale. Ces interactions modifient les conditions de résonance de la pointe : du point de vue du résonateur, le liquide exerce des forces de réaction et de friction supplémentaires qui modifient ses conditions aux limites. Afin de déterminer, de la manière la plus conforme à la géométrie du système, l'impédance en bout de pointe lorsque celle-ci est immergée dans un liquide, nous nous intéresserons au cas simple de liquides de densité  $\rho$  et viscosité  $\mu$ . Pour calculer cette impédance dite de charge, il faut connaître la pression et la vitesse du fluide à l'interface. Cela revient à calculer la pression et la vitesse en tout point d'un milieu acoustique semi-infini, dont la source de vibration est un corps vibrant de dimensions finies, exécutant des vibrations harmoniques. Il n'y a pas de solution générale pour ce type de problème [REF41, REF42]. Le problème peut se ramener à un problème d'état vibratoire de la surface du corps vibrant [REF43]. Nous nous sommes donc orientés vers une modélisation de cet état vibratoire par une méthode de sources finies de surfaces. Il s'agit en fait, de placer sur la surface des sources vibrantes. Cette distribution est choisie de telle sorte à satisfaire aux conditions aux limites fixées. Les forces de cisaillement provoquées par les vibrations transversales de la pointe dans le liquide, sont intégrées comme une perturbation via une impédance de cisaillement. Ces travaux sont détaillés dans [DOCT1] et [ACL4].

La figure 71 représente la pression et la vitesse autour de la pointe, obtenue par cette méthode, dans le cas d'une pointe de 1 mm de diamètre immergée de 1 mm.



**Figure 71. Fluide idéal dans le voisinage de la pointe vibrante. Les flèches représentent la partie réelle de la vitesse du fluide et les courbes sont des lignes isobares (partie réelle de la pression).**

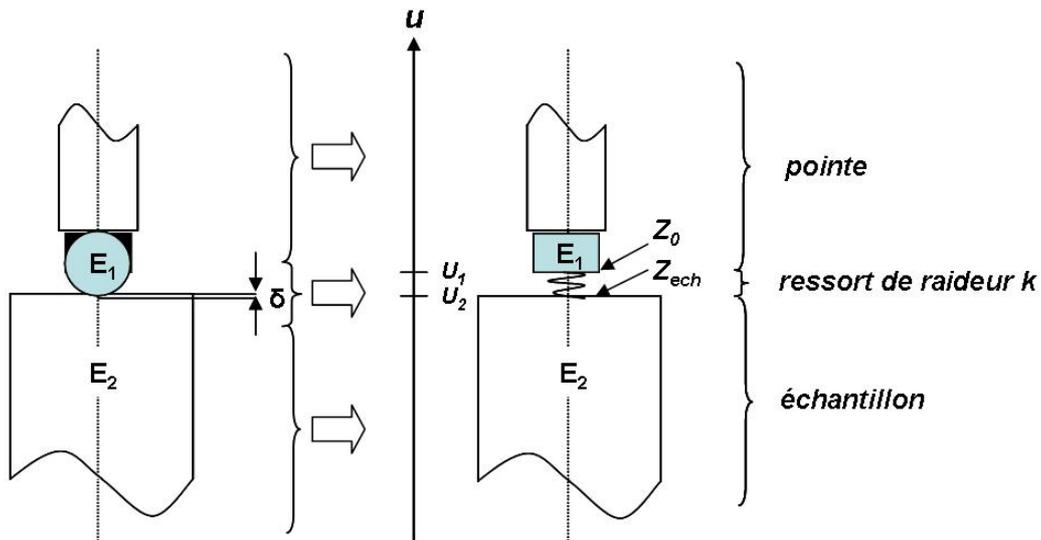
A partir de cette modélisation, il est possible d'obtenir une bonne approximation de la charge totale dans un liquide visqueux :

$$Z_{ch} = Z_N + \Delta Z_N \approx 0.65 i\omega\rho_f r_1 + \sqrt{\frac{\rho_f \omega \mu}{2}} (1+j) \frac{h}{r_1} \quad (34)$$

Avec  $r_1$ , rayon de la pointe,  $h$  sa profondeur d'immersion et  $\omega$  la pulsation.

Une extension de cette modélisation a été faite pour obtenir une expression en fonction des modules de cisaillement  $G'$  et  $G''$  dans le cas de solides viscoélastiques [ACL10].

Dans les travaux de thèse de J. Simmonet [THES3], nous nous sommes intéressés au développement d'une sonde pour la mesure locale des propriétés élastiques de matériaux. Dans cette configuration, une bille est placée en bout d'un tube en silice. Sous l'action d'une force normale, une déformation apparaît au voisinage du point de contact entre une sphère et un plan posés l'un contre l'autre. L'aire de ce contact dépend de la charge appliquée et des propriétés élastiques des deux solides. Les caractéristiques de ce contact ont été établies par H. Hertz [REF44]. Cette théorie permet de tenir compte du contact avec l'échantillon en assimilant le contact élastique à un ressort (Figure 72).



**Figure 72. Schéma équivalent du pavillon étagé lors du contact de Hertz ( $\delta$  : profondeur de pénétration ;  $E_1$  et  $E_2$  respectivement le module d'Young de la bille et de l'échantillon).**

L'expression de l'impédance  $Z_0$  dépend à la fois de la raideur de contact  $k$  et de l'impédance  $Z_{ech}$  à la surface de contact de l'échantillon. L'expression de l'impédance  $Z_{ech}$  est quelquefois difficile à obtenir puisqu'elle dépend des dimensions et de la forme de l'échantillon. Cependant dans le cas où l'échantillon est considéré comme semi-infini, l'impédance de charge devient :

$$Z_{0\infty} = k / j. \omega. S' \quad (35)$$

avec  $S'$ , la surface de la bille considérée comme cylindre.

Dans les travaux de thèse de J. Gasparoux [THES4] et de V. Cereser Camara [THES6], afin de mesurer les modules  $G'$  et  $G''$  en cisaillement, nous favorisons une interaction en cisaillement par un plan en remplaçant la pointe vibrante par une lame en verre vibrante. La lame est alors immergée dans le matériau à caractériser. Cette lame génère des déplacements transversaux dans le matériau étudié à partir des déplacements longitudinaux comme représenté sur la figure 73.

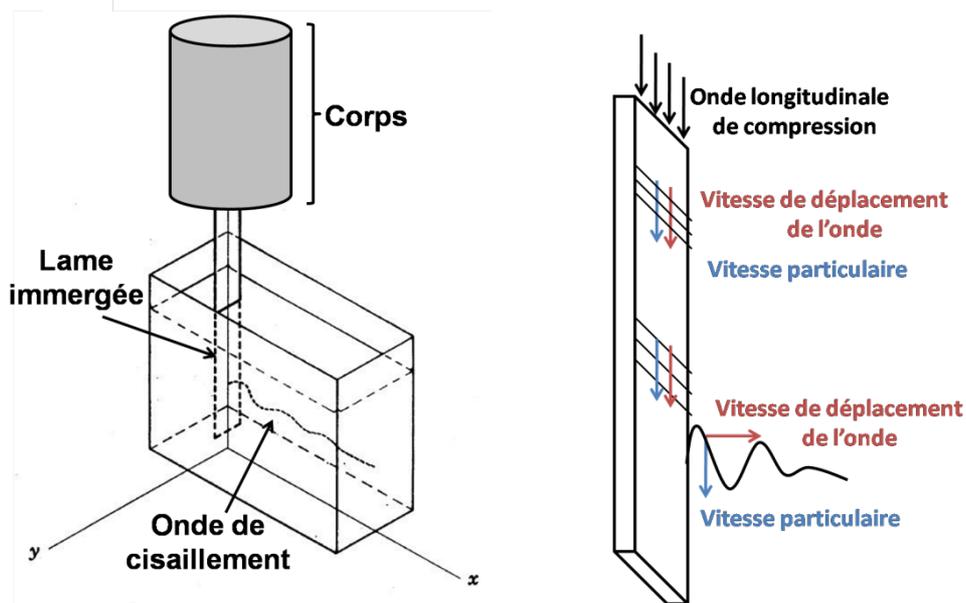


Figure 73. Principe de mesure pour la modélisation de la charge : sonde immergée dans le matériau à caractériser.

Dans la lame, la vitesse de propagation de l'onde est parallèle au déplacement particulaire. Il s'agit d'une onde longitudinale. Dans le matériau, au contact de cette lame, la vitesse de propagation de l'onde est perpendiculaire au déplacement particulaire. Il s'agit d'une onde transverse. Considérons maintenant le système présenté figure 74.

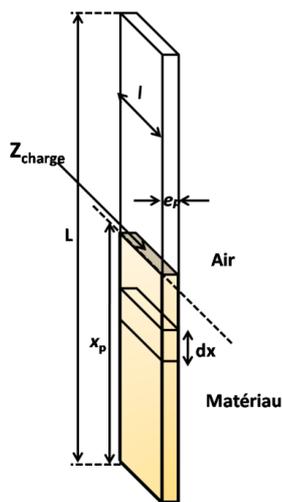


Figure 74. Détails des dimensions de la plaque et représentation du volume pris en considération pour les calculs.  $Z_{charge}$  est l'impédance due à la charge ramenée dans la section de la lame au niveau de la surface air/ matériau.

L'épaisseur de la lame de verre a été choisie de telle façon que la longueur d'onde soit très supérieure à l'épaisseur de la lame ( $\lambda_{lame} \gg e_p$ ). Ceci garantit qu'il n'y a que des ondes transverses générées dans le milieu viscoélastique. Dans cette configuration il est aisé de relier l'impédance acoustique transversale  $Z_m^*$ , dans le cas d'un milieu semi-infini, aux modules  $G'$  et  $G''$  :

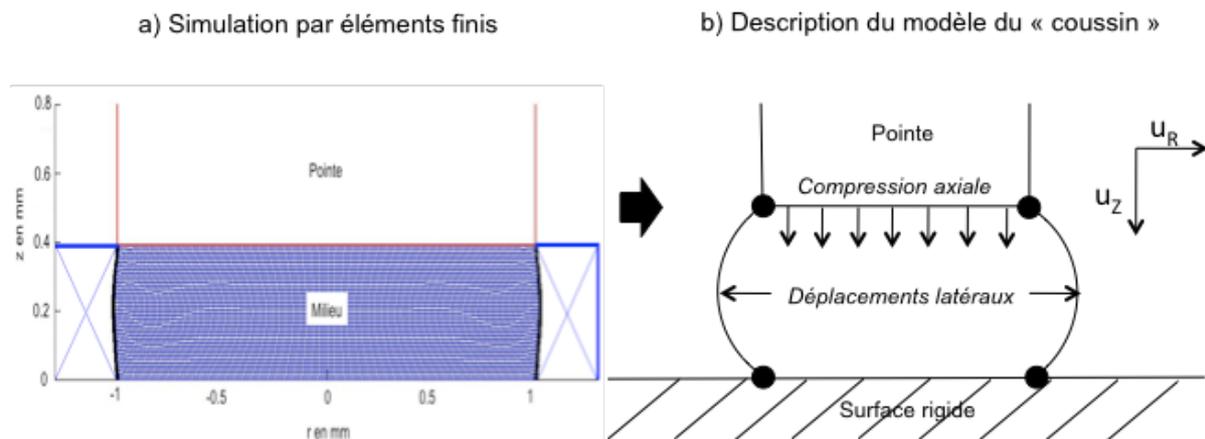
$$Z_m^* = \rho V_T^* = \sqrt{\rho G^*} = \left( \rho (G' + jG'') \right)^{1/2} \quad (36)$$

Cependant, la vitesse n'est pas uniforme dans toute la longueur de la lame et cela doit être pris en compte dans l'expression de  $Z_{charge}$ , impédance due à la charge ramenée dans la section de la lame au niveau de la surface air / matériau. On peut démontrer que cette impédance s'écrit :

$$Z_{charge} = jZ_{lame} \sqrt{\frac{1 - 2jZ_m^*}{e_p \omega \rho_{lame}}} \tan(k_{eff} X_p) \quad (37)$$

avec  $Z_{lame} = \rho_{lame} c_{lame}$  et  $k_{eff} = \sqrt{k_{lame}^2 - \frac{2j\omega Z_m^*}{e_p \rho_{lame} c_{lame}^2}}$

Au cours des travaux de thèse de H. Blasco [THES7], une étude a été consacrée à l'interaction de la pointe du capteur résonant avec des matériaux (élastiques, visqueux, viscoélastiques), considérés comme une charge de surface plane sur un support rigide, modélisée par éléments finis. Cette modélisation permet de lier l'impédance acoustique en bout de pointe aux modules de cisaillement des matériaux. Nous avons un modèle simplifié (modèle analytique du coussin), associé à la déformation. La déformation obtenue par éléments finis montre que le milieu comprimé par le piston sort sur les côtés en raison de la surface libre. Sur la figure 75, nous avons supposé la répartition de la déformation au delà du diamètre de la pointe négligeable. En effet dans le cas où les bords sont libres la déformation sur les côtés influence peu sur la résonance du système.



**Figure 75. Description du modèle du coussin modélisant la déformation le long de l'axe de la pointe ((a) (trait noir)) et prenant en compte la déformation du matériau, soumis à une compression de la pointe.**

Le modèle du coussin revient à supposer que le matériau situé à l'extérieur de la pointe influence peu sur les déplacements sous la pointe. A partir des résultats obtenus lors de la simulation par éléments finis intégrant la déformation latérale obtenue par le modèle du coussin, nous avons pu déterminer une expression analytique de l'impédance de charge due au contact de la pointe avec des petits échantillons de matériaux.

### 2.1.6 Instrumentation associée

Expérimentalement, il convient de mesurer l'impédance électrique autour des fréquences de résonance des sondes. Cette mesure est réalisée avec une détection synchrone aux bornes d'une résistance de mesure de 10 k $\Omega$ . Les effets parasites dus aux câbles principalement sont pris en compte par le logiciel de mesure.

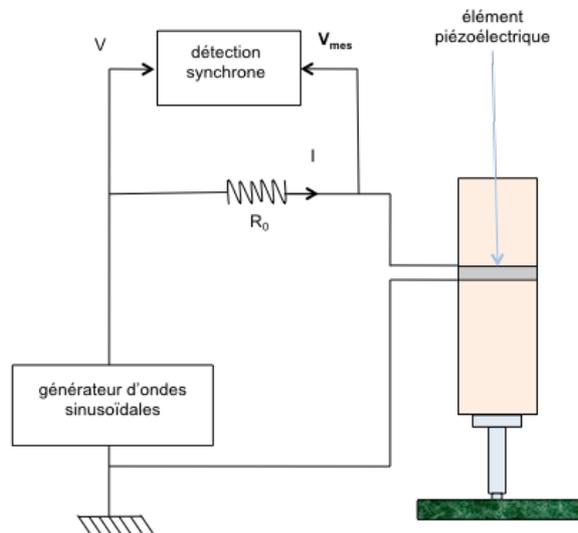


Figure 76. Schéma du principe de la mesure de l'impédance électrique aux bornes du capteur

Tous les appareils sont reliés par port GPIB. La commande et l'acquisition sont pilotées par un logiciel développé sous Labview. Initialement, l'instrumentation était constituée d'appareils commerciaux (Générateur Basse Fréquence SRS DS345, pour l'excitation, et Détection Synchrone, EGG 7220, PerkinElmer 7280, SRS 844 pour la mesure) mais des versions intégrées ont été réalisées avec des cartes génération-acquisition avec des fréquences d'échantillonnage permettant l'exploitation de signaux dans la gamme de fréquence de travail (National Instrument SCB68, National Instrument USB 6251). La figure 77 représente une des versions du banc de mesure.



Figure 77. Banc de mesure expérimental.

## 2.2 Quelques exemples d'applications

### 2.2.1 Caractérisation de liquides [ACL1, ACL4]

Nous avons montré que la technique acoustique résonante présentée précédemment permet dans le cas de liquides, de mesurer la densité et la viscosité d'un milieu en contact avec la pointe du capteur.

Le décalage de la fréquence de résonance du capteur pour différents liquides de faible viscosité est présenté sur la figure 78 pour une profondeur d'immersion de la pointe de 3 mm. Nous avons montré que ce décalage,  $\Delta f$ , dépend de la densité  $\rho$  et de la viscosité  $\mu$  par une relation du type :

$$\Delta f = A\rho + B\sqrt{\rho\mu} \quad (38)$$

$A$  et  $B$  étant des constantes qui dépendent du dispositif expérimental (taille de la pointe du capteur et fréquence de travail) et des conditions opératoires (profondeur d'immersion). Une relation linéaire peut être observée entre  $\Delta f$  et la densité si l'on soustrait le terme en  $B\sqrt{\rho\mu}$  (points corrigés de la viscosité).

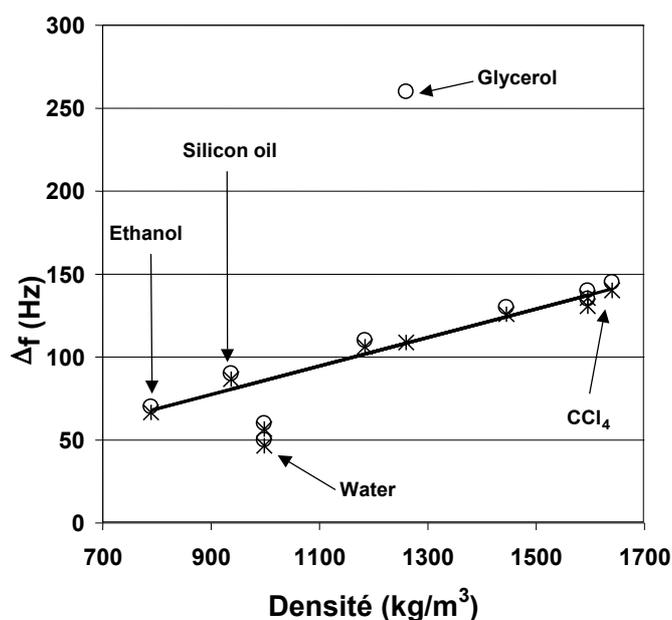


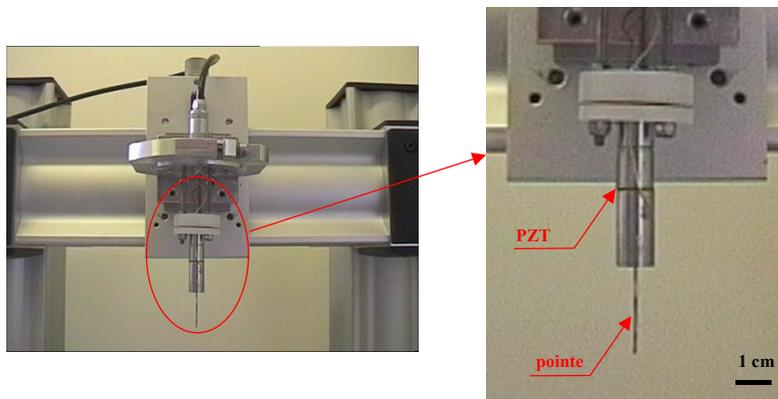
Figure 78. Décalage en fréquence pour différents liquides pour une profondeur d'immersion de 3 mm. o points expérimentaux, \* points avec soustraction de l'effet de la viscosité, — courbe théorique.

Un paramètre relatif à l'amplitude de la résonance permet d'avoir une seconde équation. Il est ainsi possible de déduire densité et viscosité des mesures de la résonance du capteur.

Il existe dans le commerce des appareils très précis et fiables de mesure de densité et viscosité. Deux avantages de la technique que nous proposons sont à souligner :

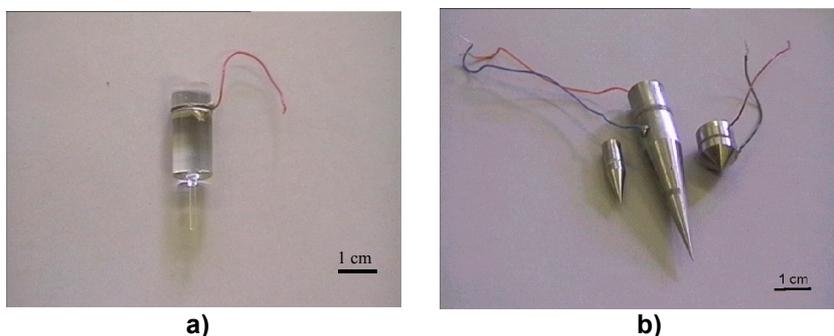
- la facilité d'implantation des sondes dans un milieu permet un contrôle continu et en ligne des propriétés, sans avoir recours à une prise d'échantillon pour analyse : de nombreuses applications industrielles ont besoin de ce type d'appareillage [REF45],
- la miniaturisation et l'adaptation (choix des formes, des matériaux) de la sonde permettent de répondre à des demandes spécifiques notamment pour des mesures *in situ*.

En ce qui concerne les mesures sur les liquides présentées précédemment, les capteurs utilisés étaient des pavillons métalliques étagés de quelques centimètres (Figure 79). Typiquement la pointe avait un diamètre de 1 ou 2 mm. Ces systèmes résonnent autour de 50 kHz.



**Figure 79. Pavillon métallique étagé.**

La figure 80 présente deux exemples d'autres types de capteurs résonnants développés au cours de différents travaux. Le capteur en pyrex a pour but de réduire la sensibilité à la température, Ceux de formes coniques permettent de modifier le contact avec le matériau et ainsi de changer la sensibilité par exemple.



**Figure 80. a) pavillon étagé en pyrex, b) différents pavillons coniques.**

### **2.2.2 Caractérisation de liants hydrauliques [ACL2, ACL6, ACL10, RAP1, RAP5]**

Un autre point fort du dispositif est qu'il permet un suivi continu des propriétés du milieu en contact avec la sonde, de l'état liquide à l'état solide. L'étude de tels milieux est en général divisée en deux domaines. Dans l'état liquide, les rhéomètres classiques sont utilisés, mais ils ne donnent plus de résultat au moment de la formation du solide : soit la rigidité de ce dernier bloque le système (c'est le cas pour les ciments), soit sa fragilité fait que le milieu est détruit (c'est le cas pour les produits laitiers). Les techniques ultrasonores classiques peuvent être utilisées mais elles ne résolvent pas tous les problèmes. Elles restent de plus des techniques de laboratoire difficilement adaptables sur site industriel. Dans l'état solide, ce sont les techniques de caractérisation mécanique qui sont utilisées. La zone de changement d'état est donc très difficilement caractérisable.

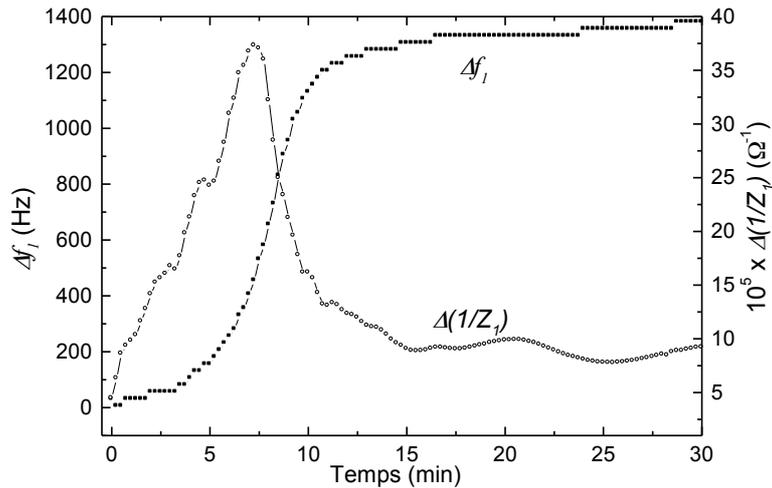
Des travaux [ACL3, ACL8] ont concerné la caractérisation du suivi de la prise de polymères, gels de silice, produits laitiers mais je ne le détaillerai pas ici.

Les premières applications qui ont conduit à des collaborations industrielles sont dans le domaine de la caractérisation de liants hydrauliques. Un liant hydraulique est un liant qui se forme et durcit par réaction chimique avec de l'eau. Plusieurs travaux avaient été initiés en interne [ACL2, ACL6] montrant les potentialités d'utilisation de notre technique dans ce domaine. La première collaboration a eu lieu avec le centre de Recherche et Développement du cimentier VICAT [IND1]. Nous avons poursuivi ces travaux et proposé un modèle complet pour la mesure *in situ* des modules élastiques du ciment durant la prise [ACL10]. Ces travaux ont été étendus quelques années plus tard à la caractérisation de la prise de plâtre avec la société PBPlaco [IND5].

La prise de ciment est classiquement contrôlée par les tests qualitatifs de l'aiguille VICAT et du cône d'Abrams. L'étude plus quantitative est menée à l'aide du rhéomètre CEMAGREF-IMG ou du rhéomètre LAFARGE. Pour la caractérisation des bétons très plastiques à fluide, un nouveau rhéomètre, le BTRHEOM, a été adapté [REF46, REF47]. Ces rhéomètres sont le plus souvent de type viscosimètre à cylindres coaxiaux [REF48, REF49, REF50] et leur fonctionnement est limité par la prise du béton [REF49, REF50, REF51]. Après la prise, les méthodes adaptées à la caractérisation de l'apparition et de l'évolution de la rigidité sont basées sur les propriétés acoustiques [REF52, REF53, REF54], et plus particulièrement l'étude de la propagation des ondes transverses [REF55, REF56].

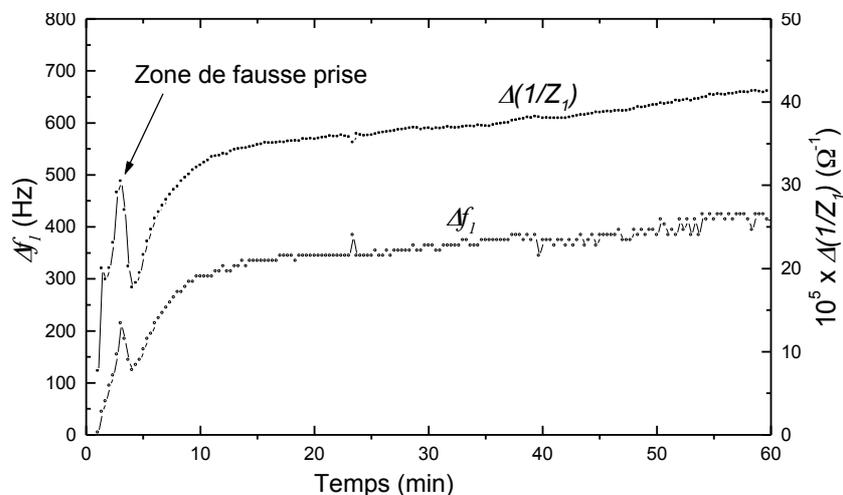
Le transport et la mise en œuvre des mortiers et bétons requièrent le contrôle de leurs propriétés rhéologiques : **propriétés visqueuses** qui sont modifiées par l'ajout de fluidifiants ou par l'apparition d'une fausse prise liée au ciment, **propriétés viscoélastiques** qui évoluent avec la prise et le durcissement du matériau et **propriétés élastiques** qui permettent de caractériser le durcissement après la prise et l'augmentation des résistances mécaniques du béton. Les tests normalisés utilisés en laboratoire industriel et sur chantier font appel à des méthodes empiriques qui ne caractérisent souvent qu'indirectement les propriétés mécaniques. Les rhéomètres spécifiques, quant à eux, restent peu adaptés à l'utilisation sur chantier, et leur fonctionnement est limité par la prise. L'objet de travaux que nous avons menés est la mise au point d'un procédé industriel simple, peu coûteux et sensible aussi bien à l'évolution de la viscosité qu'à l'apparition du seuil de cisaillement : un capteur qui puisse répondre aux nombreuses attentes dans le domaine de la caractérisation rhéologique des bétons et des mortiers. Il s'agit de voir dans quelle mesure la technique acoustique résonante peut répondre à ces attentes et d'estimer l'apport de cette nouvelle technique à celles utilisées actuellement dans les usines et au centre de recherche et développement de la société VICAT (aiguille VICAT, Fausse prise Tusschenbroeck, minicône MBE, matuométrie thermique).

Nous nous sommes par exemple intéressés au suivi de la prise rapide de mortier, l'instrumentation développée permettant en effet de faire des mesures toutes les 15 secondes, ce qui, contrairement aux autres techniques autorise un suivi quasi continu de la prise. La technique permet de caractériser ce type de prise mettant en jeu une cinétique de réaction très rapide (prise de l'ordre de quelques minutes). La figure 81 présente le suivi de la prise d'un mortier pour lequel le rapport eau/ciment vaut 0,4 et le rapport sable/ciment vaut 2.



**Figure 81. Caractérisation de la prise d'un mortier de ciment rapide.**

L'étude de la fausse prise de ciments artificiels a aussi été abordée. La fausse prise provient souvent de la présence, dans le ciment, de gypse déshydraté. Ce phénomène est caractérisé par une brusque augmentation de la viscosité de la pâte de ciment pendant quelques minutes après l'addition de l'eau. En raison de la très faible amplitude des mouvements de la sonde, la technique acoustique est adaptée à cette caractérisation (figure 82), car une agitation de la pâte "casserait" la fausse prise et lui redonnerait sa viscosité initiale. Des mesures rapides sont également nécessaires.

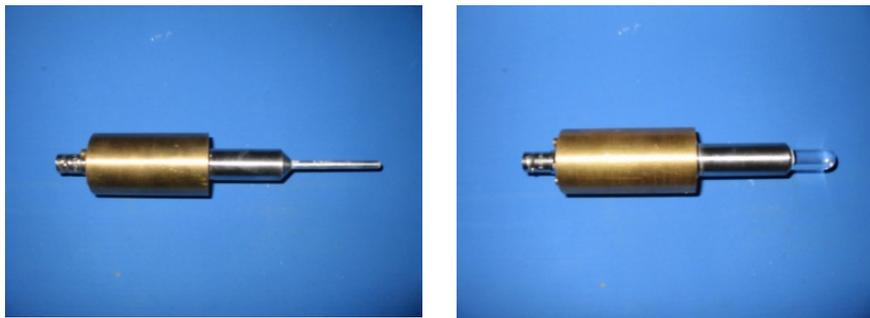


**Figure 82. Caractérisation du phénomène de fausse prise.**

L'accident sur les courbes est caractéristique d'une variation brutale des propriétés du milieu au moment de la fausse prise.

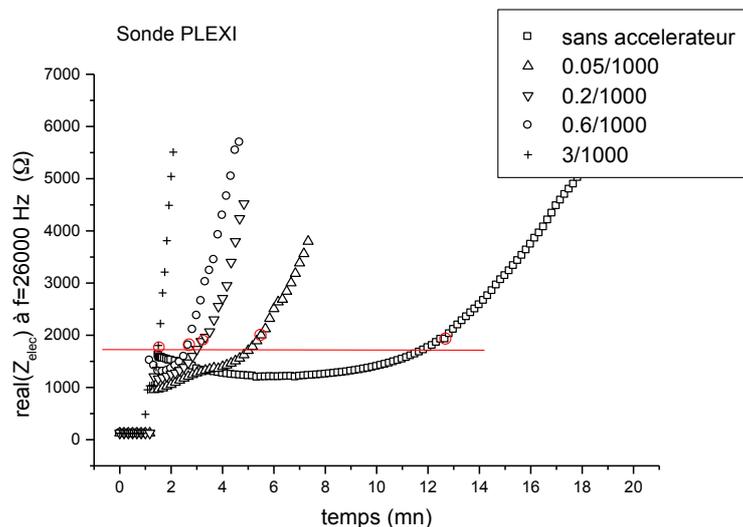
Contrairement à de nombreux appareillages qui ne permettent pas de suivre dans la continuité les propriétés des bétons et mortiers de l'état fluide à l'état solide, le capteur acoustique résonant répond à de nombreuses attentes dans le domaine de l'étude des propriétés rhéologiques de ces produits. La sensibilité de la résonance de la pointe permet un contrôle des propriétés visqueuses du produit fluide (contrôle de la fluidité durant le transport, rôle des adjuvants).

D'autres travaux ont permis de valider la potentialité d'utilisation de la technique résonante pour le suivi de la prise de plâtre et la détermination du temps de prise couteau [REF57]. Ce temps est caractéristique de la consistance idéale pour le passage d'un rabot dans le process de moulage de plaques de plâtre. Ce temps correspond au temps nécessaire pour que le sillon tracé par une lame de couteau dans une galette de plâtre ne se referme plus. Nous avons développé deux sondes spécifiques (figure 83) dont la sensibilité a été optimisée pour ce type de consistance. La forme et le matériau de la pointe (plexiglass) sont adaptés aux contraintes d'utilisation sur une chaîne de fabrication. Le choix de deux matériaux différents pour la partie terminale a été guidé par l'observation faite lors des expériences pour lesquelles nous rencontrions des difficultés à nettoyer au mieux la pointe métallique. Une pointe en plexiglass présentait moins de problèmes d'état de surface et un simple nettoyage à l'eau permet d'ôter la matière restant collé lors de l'extraction de la sonde du plâtre.



**Figure 83. Sondes optimisée pour la qualification de la consistance de plâtres. Ces sondes sont immergées directement dans le matériau puis retirées une fois le plâtre pris.**

La figure 84 montre qu'il existe un indicateur mesuré par la sonde acoustique, la valeur de la partie réelle de l'impédance à une fréquence donnée, corrélé avec le temps de prise couteau.



**Figure 84. Suivi de la prise de plâtre avec la sonde acoustique en plexiglass. Les points rouges représentent les points de mesure au moment de la prise couteau mesurée par la méthode classique.**

Un prototype industriel incluant un support adapté à des mesures sur site industriel, un capteur et une instrumentation portable ont été fournis dans le cadre de cette collaboration.

### 2.2.3 Caractérisation de bitumes [ACL5, ACL9, ACL14, RAP20, RAP51]

Un autre domaine d'application des sondes résonantes développées concerne la caractérisation de bitumes. Nous avons démontré la potentialité de la méthode acoustique pour qualifier la dureté de différents types de bitumes [ACL5, ACL9, ACL14]. Quelques années plus tard, ces travaux ont intéressé la société COLAS avec qui nous avons alors collaboré dans le but de proposer un dispositif acoustique de caractérisation de la consistance de bitumes. L'intérêt de notre technique résidait essentiellement dans la facilité d'utilisation et la rapidité des mesures en comparaison aux autres techniques actuellement utilisées. Les travaux ont donc consisté à développer de nouvelles sondes afin d'augmenter la sensibilité dans la gamme de propriétés des matériaux bitumineux. La figure 8( montre deux sondes avec des tailles de pointe différentes. Il s'agissait dans ce cas précis de s'intéresser à la dispersion des mesures en fonction de la taille de la pointe sur des échantillons non plans.



**Figure 85. Sondes métalliques avec des diamètres de pointe différents, destinées à être posées sur la surface d'échantillons de bitumes.**

Les bitumes sont essentiellement caractérisés par des méthodes rhéologiques, parfois empiriques. Les caractéristiques utilisées étaient la pénétrabilité (profondeur d'enfoncement vertical d'une aiguille calibrée dans des conditions de température, de charge et de temps), la température de ramolissement bille-anneau (mesure empirique qui consiste à déterminer la température à laquelle une bille d'acier s'enfonce au travers d'un anneau rempli de bitume) et le module complexe de cisaillement  $G^*$  (mesuré par une analyse mécanique dynamique en cisaillement avec un rhéomètre basse fréquence, 10Hz à 15°C). Cette dernière grandeur présente une importance pour la détermination des propriétés finales des enrobés. Il s'agit cependant d'une mesure en laboratoire longue et demandant des conditions expérimentales contrôlées.

Nous avons montré qu'il existait une bonne corrélation entre le décalage en fréquence de la résonance du capteur acoustique et ce module. Cette corrélation a été faite sur plus de 30 échantillons. Dans tous les cas, nous arrivons à séparer des groupes de bitumes de façon rapide et non équivoque.

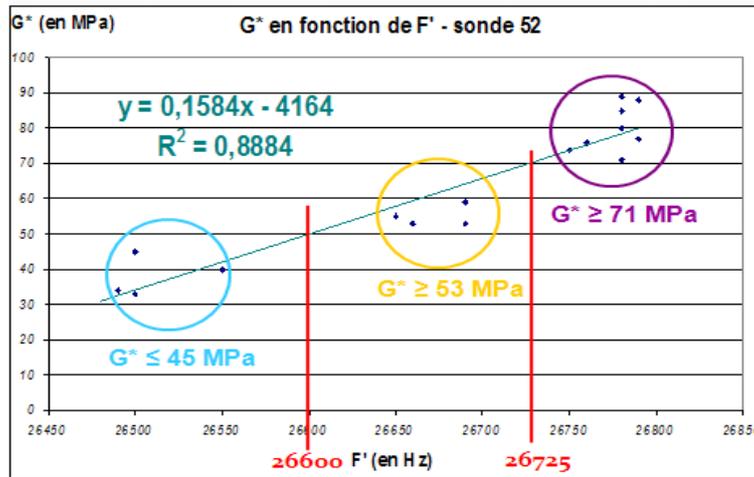


Figure 86. Corrélation entre le décalage de la fréquence de résonance de la sonde acoustique et le module de cisaillement de différents bitumes.

A l'issue de ces travaux, COLAS a souhaité acquérir une instrumentation. Cela s'est réalisé dans le cadre d'un **transfert de technologie** avec un industriel régional spécialisé en instrumentation, DEFI SYSTEMES.

### 2.2.4 Mesures locales des propriétés élastiques

J. Simonnet [THES3] a adapté cette technique permettant l'évaluation des propriétés élastiques (module d'Young) d'un milieu. Cette technique était basée sur le contact mécanique d'une sonde terminée par une sphère en contact avec un milieu à analyser. Il a proposé une formulation analytique de l'interaction pointe-objet afin de relier simplement les propriétés mécaniques de l'échantillon aux pics de résonance de la sonotrode.

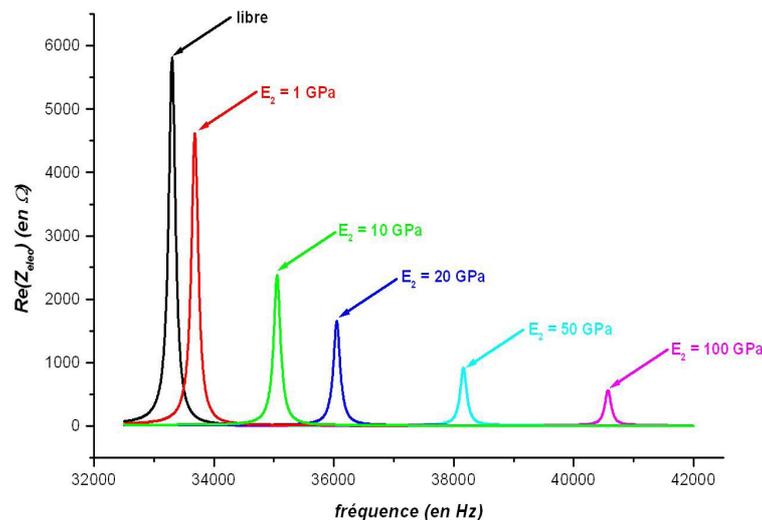


Figure 87. Réponse d'une sonde acoustique résonante en fonction du module d'Young des matériaux.

Les courbes tracées sur la figure 87 correspondent à la réponse d'une sonde avec un diamètre de pointe égal à 2 mm. Elles montrent l'influence de la valeur du module d'Young

sur la position des pics. Les valeurs des fréquences de vibration augmentent par rapport à la valeur de résonance du mode libre de la pointe. De plus, l'amplitude des pics diminue pour des valeurs croissantes du module d'Young.

Plusieurs sondes ont été étudiées, certaines terminées par une bille (figure 88a), d'autres par un cône (figure 88b). La forme de la partie terminale doit être prise en compte dans la modélisation du contact.

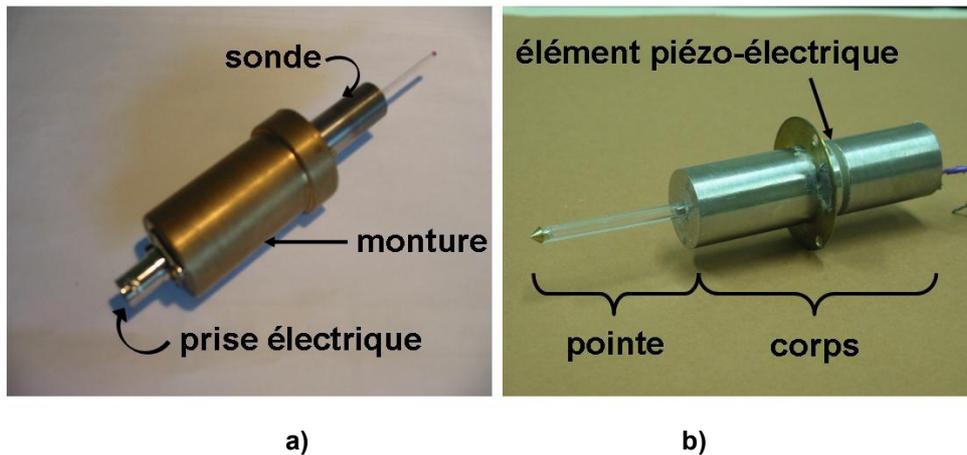


Figure 88. Exemple de sondes développées pour la caractérisation de matériaux durs.

### 2.2.5 Conclusion

Malgré mon implication de plus en plus importante dans l'activité présentée dans le chapitre précédent, j'ai toujours tenu à maintenir des activités de recherche dans le domaine du développement des sondes résonantes. La première raison est que j'y étais attaché car mes travaux de recherche avaient débuté dans ce domaine. La seconde et principale raison vient du fait que ces travaux multidisciplinaires (modélisation, instrumentation, mesure) sont valorisables.

Ainsi, au cours de ces dix dernières années, nous avons travaillé avec plusieurs industriels dans le domaine de la caractérisation de matériaux. Des travaux collaboratifs avec la société PLACOPLATRE ont débouché sur la première application des sondes développées au laboratoire sur site industriel [IND5].

Un autre point fort de la valorisation a été un transfert de savoir faire avec une société régionale (DEFI SYSTEMES) dans le but de commercialiser l'instrumentation acoustique que nous avons développée [IND17], notamment pour une application sur la caractérisation de bitumes pour la société COLAS [IND10, IND16]. Cette action a été soutenue par Transfert LR.

### Bilan :

<b>Production Scientifique :</b> DOCT1, ACL1-6, ACL8-10, ACL13-16, ACL19, ACL20, ACL22, OS1, ACTI1-3, ACTI5, ACTN1-6, COM1, COM2, COM8, AFF2-6, AFF9	<b>Partenariats :</b> INS1, INS3 IND1, IND5, IND10, IND16, IND13, IND17
<b>Rapports :</b> RAP2, RAP5, RAP20, RAP51	<b>Thèses :</b> THES1, THES2, THES3 <b>Stages :</b> ST1-5, ST7, ST8, ST10, ST12, ST13, ST16, ST20, ST21, ST24, ST28

## 2.3 Application dans des domaines de la biologie et de l'agronomie.

### 2.3.1 Contexte

Les milieux viscoélastiques sont généralement caractérisés mécaniquement à très basse fréquence notamment dans les rhéomètres conventionnels. L'utilisation d'ondes ultrasonores peut permettre une analyse en fréquence plus rapide et qui peut par exemple remplacer avantageusement une variation en température difficile à réaliser sur certains matériaux.

En effet, dans le cas d'essais périodiques, l'effet de la fréquence de sollicitation sur les grandeurs viscoélastiques d'un matériau est inverse à celui de la température. Les effets de la fréquence et de la température sont donc dépendants. Ce phénomène est à l'origine du **principe d'équivalence temps-température** en viscoélasticité linéaire.

Revenons rapidement sur le principe d'équivalence temps-température et la notion de courbe maîtresse de matériaux pour avoir quelques éléments théoriques nous permettant de comprendre le contexte de nos travaux. Après avoir déterminé des courbes isothermes grandeurs viscoélastiques en fonction de la fréquence et ce à plusieurs températures, ce principe peut être utilisé, en faisant intervenir un facteur de translation, pour corrélérer ces grandeurs dans toute la gamme de température et de fréquence de mesure. L'application de ce principe permet aussi le calcul, à partir des données expérimentales, de courbes maîtresses montrant l'effet de la fréquence sur un très large intervalle.

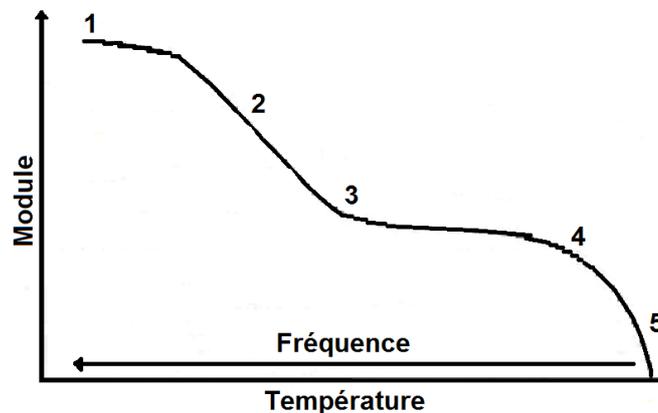


Figure 89. Courbe maîtresse pour la visualisation de cinq régions distinctes du comportement viscoélastique.

La température joue un rôle prépondérant dans l'évolution des propriétés des matériaux viscoélastiques [REF58]. Il convient de considérer le comportement viscoélastique du matériau à l'échelle moléculaire pour discuter des modifications de ce comportement en fonction du temps et/ou de la fréquence et de la température. Les matériaux viscoélastiques comme leur propre nom l'indique présentent une combinaison de comportement élastique et visqueux. Dans la plupart des livres qui traitent de ce type de matériau, un polymère amorphe est utilisé comme exemple pour distinguer cinq régions. Ces régions peuvent être visualisées sur la figure 89. La zone (1), connue comme plateau vitreux, (le terme vitreux décrit la similitude du comportement du matériau avec un verre) fait référence aux propriétés rigides des polymères. Cette zone associée notamment aux changements : de volume libre, d'enthalpie et de propriétés mécaniques, est étudiée à basses températures ou à haute fréquence. La région (2) est la zone de transition vitreuse, caractérisée par une température

de transition vitreuse ( $T_g$  pour glass température). En dessous de cette température le matériau est dit vitreux (état solide) et présente le comportement d'un corps solide élastique. Au-dessus, il présente un comportement de solide plastique (état viscoélastique), suite à l'affaiblissement des liaisons intermoléculaires. La région (3) est connue comme plateau caoutchoutique (le terme caoutchoutique vient de la similitude de comportement du matériau avec un élastomère). Avec l'augmentation de la température, le matériau sort du plateau caoutchoutique et le polymère est marqué à la fois par l'élasticité du caoutchouc et les propriétés d'écoulement - cette zone est appelée la région de l'écoulement ou terminale (4). A des températures encore plus hautes, la région de l'écoulement du liquide (5) est atteinte.

Le module complexe est fonction de la fréquence ainsi que de la température. Par conséquent, le même comportement viscoélastique peut être observé soit en mesurant le module en fonction de la fréquence à une température constante soit en mesurant le module en fonction de la température à une fréquence constante. Le module tracé en fonction de la température ou en fonction du temps et/ou de la fréquence à température constante donnera le même profil. Des observations sur les matériaux viscoélastiques ont montré qu'un changement sur la fréquence de sollicitation était équivalent à un changement sur la température [REF58], autrement dit, un matériau viscoélastique a le même comportement à haute fréquence et à basse température qu'à basse fréquence et à température élevée.

Ainsi à partir de la mesure d'un module à une fréquence et une température donnée, il est possible de retrouver le module à une température et une fréquence plus élevée ou à une température et une fréquence plus faible. Cependant, lorsque les matériaux changent de phase avec le changement de la température, le principe de superposition temps-température ne peut plus être employé dans une grande gamme de températures. Et il devient intéressant de disposer de techniques permettant de réaliser des mesures sur de larges gammes de fréquences avec de faibles excursions en température.

Depuis une dizaine d'années, notre équipe a acquis une expertise dans le domaine des sondes résonantes. Ce savoir-faire nous offre ainsi la possibilité de concevoir et de réaliser des systèmes de sollicitations mécaniques adaptés à des mesures sur des milieux visqueux sur une gamme de fréquences de 4 à 5 décades depuis quelques dizaines de kilohertz à l'aide de structures résonantes jusqu'à plusieurs centaines de mégahertz grâce à la propagation directe d'ondes ultrasonores en longitudinale et en transverse.



**Figure 90. Sondes résonantes en cisaillement dédiées à l'analyse des matériaux viscoélastiques.**

Dans ce cadre trois thèses ont été menées et ont permis :

- d'obtenir des courbes maîtresses des modules  $G'$  et  $G''$  au voisinage de la température ambiante en fonction de la fréquence, de quelques Hz à plusieurs centaines de MHz sur des matériaux simples (Newtoniens) mais aussi complexes (polymères enchevêtrés) [THES4],
- de valider l'approche large bande grâce à l'application de relations théoriques entre  $G'$  et  $G''$  via les relations de Kramers-Kronig,
- de relier ces modules à la structure interne du matériau telle que la teneur en eau dans les aliments (miel) [THES6], le taux de graisse et de fibrose dans le cadre de l'étude de muscles atteints de myopathie [THES7, INS6].

Mais commençons par une application plus simple de la technique acoustique résonante développée au cours de mes travaux de thèse, pour la caractérisation de la maturité de fruits.

### **2.3.2 Contrôle de la maturité de fruits**

Cette partie de mes travaux de recherche a été réalisée en collaboration avec le CIRAD (Centre de Coopération Internationale en Recherche Agronomique pour le Développement). Il s'agissait d'une part de contribuer par de nouvelles méthodes à la recherche de paramètres physiques pertinents permettant la caractérisation de la maturité et de la texture de fruits et plus précisément de la mangue.

Pour cela nous avons étudiés des mangues à différents stades de maturité par différentes techniques : la technique acoustique résonante objet de ce chapitre, une méthode pénétrométrique, une méthode acoustique impulsionnelle [REF59] et une méthode colorimétrique.

Les tests pénétrométriques sont réalisés sur les fruits entiers non pelés d'une part et sur la chair de mangue d'autre part. Le principe de cette technique consiste à faire pénétrer verticalement, à vitesse constante, une sonde dans la mangue. On mesure la force de pénétration en fonction du déplacement.

La méthode acoustique impulsionnelle utilise le signal sonore émis par le fruit suite à un choc bref. On enregistre le signal émis par le fruit lors du choc et, par le biais d'une transformée de Fourier sur le signal, on obtient une fréquence de résonance du fruit. Cette fréquence de résonance du fruit dépend de sa géométrie, de sa taille, de sa structure et des propriétés mécaniques, donc indirectement de sa fermeté.

Le critère usuel de qualification de la maturité des mangues est sa couleur. Ainsi un indicateur colorimétrique permet de caractériser l'état de maturité de la mangue. La mangue est jaune clair quand elle est très ferme puis devient orange au fur et à mesure de sa maturation. La mesure colorimétrique se fait sur la pulpe de la mangue avec le chromamètre qui relève trois paramètres : L, a, b (coordonnées de Hunter). L représente la luminance, a et b sont des coordonnées de chromaticité.

L'étude a porté sur 7 lots de mangues d'environ 8 fruits chacun. Au total, 53 mangues ont été étudiées. Nous avons pu dégager deux types de mesures : les mesures locales sur la pulpe et les mesures globales sur le fruit entier. Je ne présenterai ici que les résultats relatifs à la sonde résonante et à la pénétrométrie.

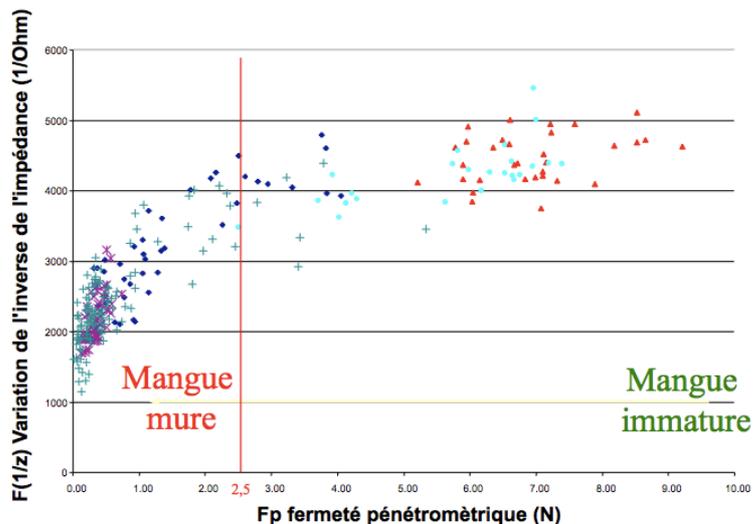


Figure 91 : Représentation de la réponse de la sonde résonante (1/z) en fonction de la fermeté pénétrométrique.

La figure 91 représente la variation de l'inverse de l'impédance  $F(1/Z)$  de la sonde résonante au contact de la pulpe du fruit en fonction de la fermeté pénétrométrique ( $F_p$ ). Le coefficient de corrélation calculé en tenant compte des séries A, C, D, E, F, G est de 0,88. Une première zone correspond à des fermetés pénétrométriques inférieures à 2.5 N. Il s'agit de mangues mures. Une seconde zone correspond à des fermetés supérieures à 2.5 N. Les mangues sont immatures. La réponse de la sonde résonante peut être utilisée comme un indicateur discriminant les mangues mures et immatures.

La figure 92 représente la réponse de la sonde résonante en fonction de la pénétrométrie pour des valeurs inférieures à 2.5 N.

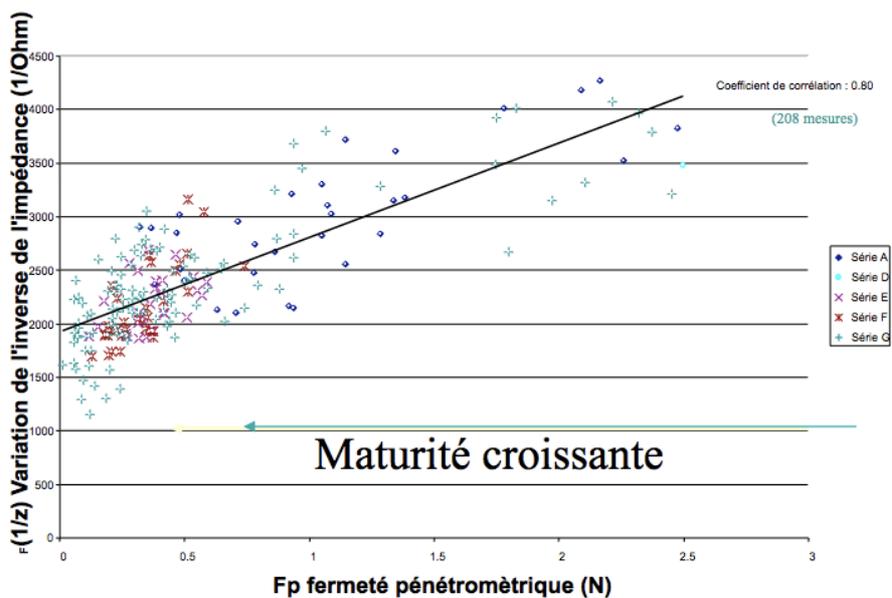


Figure 92 : Variation de l'inverse de l'impédance en fonction de la fermeté pénétrométrique pour des mangues mures ( $F_p$  inférieure à 2.5 N).

Dans le cas où la maturité de la mangue est caractérisée par une fermeté pénétrométrique inférieure à 2.5 N, la réponse de la sonde résonante permet alors de différencier des fruits plus ou moins mûrs et est un bon indicateur de l'état de maturité du fruit. Ce type de mesure nous oblige cependant à avoir accès à la pulpe du fruit. Dans le but d'un contrôle non destructif, il est possible d'imaginer un contrôle industriel qui s'appuierait sur une mesure à travers la peau. Ce type de contrôle non destructif est déjà utilisé sur des melons qui subissent un mini-carottage afin d'analyser la composition de la pulpe [REF60].

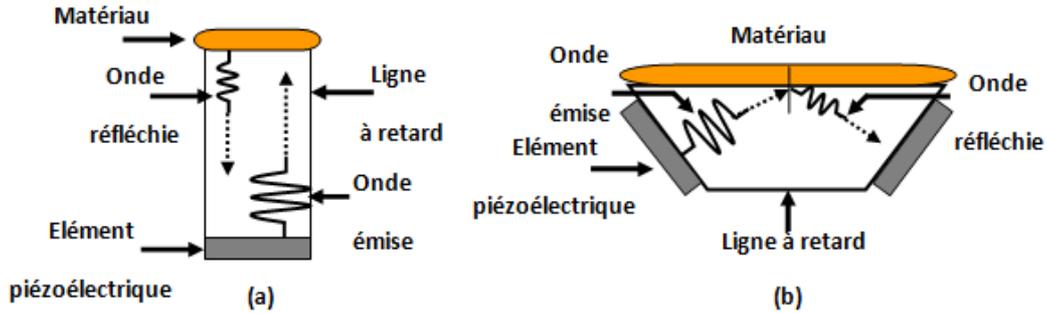
Dernièrement, ces études ont repris avec le CIRAD notamment pour l'analyse par méthodes ultrasonores de jus de mangues. Il s'agit de quantifier l'apport des données ultrasonores dans l'analyse organoleptique des jus. Cela implique notamment la corrélation entre la vitesse des ultrasons et le taux global de sucres [ACTI28].

### ***2.3.3 Caractérisation large bande des propriétés viscoélastiques de matériaux : application à la caractérisation de miels***

La connaissance des propriétés dynamiques des matériaux est essentielle dans le monde industriel où ces propriétés déterminent la facilité de mise en œuvre, les performances et l'acceptation d'un matériau donné. D'un point de vue plus théorique, ces propriétés permettent l'obtention d'informations sur la microstructure du matériau. Traditionnellement, cette caractérisation est faite en utilisant la rhéologie. Avec cette technique et le principe de superposition temps-température, des courbes maîtresses couvrant plusieurs décades peuvent être construites. Cependant, lorsque le matériau analysé change de phase avec le changement de la température, l'utilisation du principe d'équivalence temps-température est limitée. De ce fait, en utilisant uniquement les techniques classiques de rhéologie, il est impossible de construire entièrement la courbe maîtresse du matériau. Pour s'affranchir de ce problème, d'autres méthodes peuvent être associées, limitant ainsi, l'utilisation du principe de superposition temps-température à une petite gamme de température.

Cette action a été initiée il y a quelques années par le rattachement à notre équipe jusqu'en 2008 d'un professeur spécialiste en rhéologie. L'objectif de mes travaux de recherche dans ce domaine a été de développer des méthodes ultrasonores et résonantes spécifiques pour la caractérisation large bande des propriétés viscoélastiques des matériaux aux alentours de la température ambiante.

Jennifer Gasparoux [THES4] présente une technique de réflexion ultrasonore en incidence normale. Au lieu d'utiliser une simple réflexion à l'interface ligne à retard / matériau, nous proposons une méthode à réflexions multiples. L'objectif était la caractérisation haute fréquence des gels polymères (PDMS). Cette technique de réflectométrie est une variante de la technique d'échographie [REF61, REF62]. Le principe de cette technique consiste à déterminer l'impédance acoustique du matériau étudié à partir du module et de la phase du coefficient de réflexion. A partir de ces deux grandeurs, nous pouvons remonter aux modules dynamiques ( $G'$  et  $G''$ ). Dans la littérature [REF63-REF73], deux configurations différentes sont traitées : l'incidence normale (figure 93 (a)) et l'incidence oblique (figure 93 (b)). L'intérêt majeur de cette méthode est qu'elle ne nécessite pas la propagation de l'onde dans le matériau analysé, autrement dit, elle permet l'étude des matériaux très atténuants.



**Figure 93. Schéma représentatif de la technique de réflectométrie en (a) incidence normale et (b) incidence oblique.**

Nous avons montré que les décalages temporels (sur la mesure du temps de vol des échos) avec des gels polymères étaient très faibles et qu'ils ne pouvaient être mesurés avec la précision nécessaire avec l'instrumentation disponible en réflectométrie à incidence normale. Nous avons proposé d'utiliser préférentiellement la même méthode en incidence oblique pour augmenter la précision. Mais la mise en œuvre de cette méthode est plus complexe.

#### **- Validation des méthodes sur le Glycérol**

Dans la première partie des travaux de thèse de Viviane Cereser-Camara [THES6], nous avons montré qu'en ajoutant une ligne à retard en polymère sur des capteurs transverses commerciaux, nous pouvons augmenter de dix fois la sensibilité de la méthode à réflexions multiples. Rappelons-nous que le principe de cette méthode consiste à déterminer le coefficient de réflexion d'une onde transverse sur une interface ligne à retard / matériau, dans le cas d'une incidence normale. En utilisant ce système, simple et robuste, nous avons obtenu une sensibilité au moins égale à celle obtenue en utilisant un système plus complexe en incidence oblique. La validation sur le glycérol montre également que la précision du système est très bonne (erreur inférieure à 2%).

Un des objectifs de nos travaux a été de caractériser des matériaux dans la plus large gamme de fréquence possible. La première étape a consisté à utiliser un matériau connu pour être newtonien. Ainsi, les propriétés viscoélastiques ont été déterminées à la fois à partir des mesures rhéologiques classiques (de  $10^{-2}$  à  $10^2$  Hz) et à partir des mesures acoustiques (1, 5, 10 et 20 MHz). En appliquant le principe de superposition temps température sur une faible gamme de température (de 20 à 55°C), nous avons obtenu une courbe maîtresse couvrant 14 décades de fréquences. En utilisant l'approche inverse, nous avons déterminé les paramètres acoustiques (vitesse et atténuation transverse) caractéristiques du miel, pour toute la gamme de fréquences étudiée, permettant ainsi la détermination de ces paramètres pour des fréquences inaccessibles par des méthodes ultrasonores classiques.

La limite vers les hautes fréquences, à environ  $10^6$  Hz, provient aussi du fait qu'à haute température, les capteurs acoustiques sont endommagés.

Pour compléter la gamme de mesure, nous avons proposé d'utiliser la technique résonante qui fait l'objet de ce chapitre. L'impédance de charge en cisaillement mesurée est liée aux modules dynamiques  $G'$  et  $G''$ . Le glycérol est un matériau newtonien. Il présente sur une très large gamme de fréquence, un module de conservation  $G'$  égal à zéro et un module de perte  $G''$  égal à  $\eta\omega$  où  $\eta$  est la viscosité ; celle-ci doit être constante sur toute la gamme de fréquences. De ce fait, nous pouvons comparer les résultats obtenus en utilisant les sondes résonantes et les résultats attendus par la théorie.

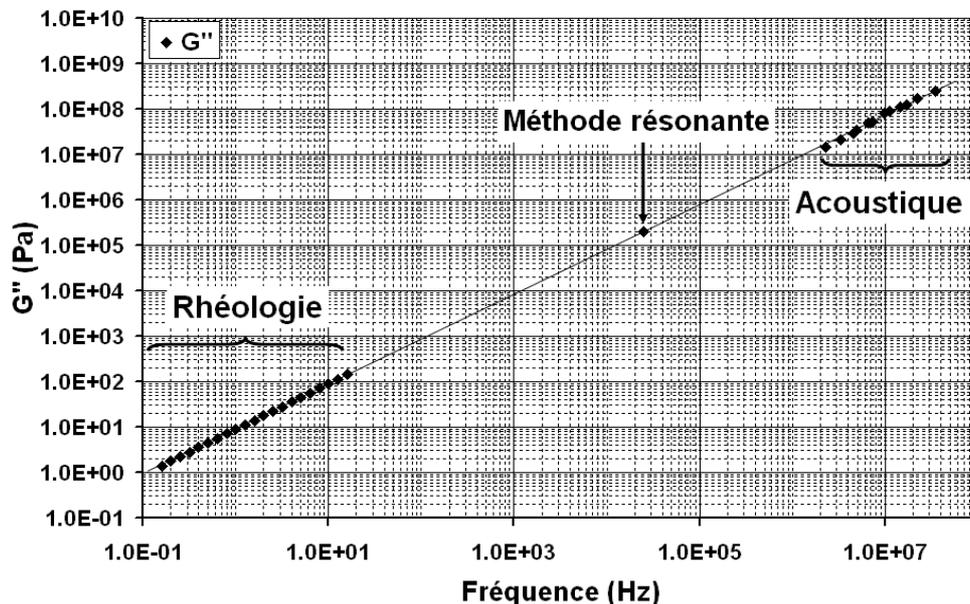
Dans cette étude, deux lots de glycérol ont été utilisés. Quand nous avons analysé le premier lot (viscosité  $\eta = 1.30$  Pa.s) nous n'avions pas encore développé les sondes résonantes à 13 et 57 kHz. Par conséquent, nous présenterons pour ce glycérol seulement le résultat obtenu à 25 kHz. Dans le tableau XII, nous avons rassemblé les résultats obtenus pour chaque sonde pour les deux glycérols utilisés dans cette étude ( $\eta = 1.30$  et  $\eta = 1.04$  Pa.s).

Viscosité (Pa.s)	Fréquence de résonance	G'' (Pa) ( expérimental)	G'' (Pa) (théorique)
$\eta = 1.30$	25 kHz	2.03E5	2.04E5
$\eta = 1.04$	13 kHz	8.43E4	8.49E4
	25 kHz	1.66E5	1.63E5
	57 kHz	3.78E5	3.72E5

**Tableau XII. Données expérimentales obtenues en utilisant les trois sondes résonantes (13, 25 et 57 kHz) pour les deux lots de glycérol à 20°C.**

Comme nous pouvons le voir sur le tableau XII, les résultats expérimentaux sont en parfait accord avec les résultats attendus par la théorie. Les erreurs sur les mesures sont inférieures à 2%.

Afin de valider l'approche multi-fréquentielle développée au cours de cette étude en utilisant les différentes méthodes ultrasonores, nous présentons sur les figures 94 et 95, les courbes maîtresses obtenues pour les deux glycérols utilisés dans cette étude. Pour la première campagne de mesure (premier lot le glycérol), nous ne disposions pas des deux sondes résonantes (13 kHz et 57 kHz) et du transducteur de fréquence 20 MHz.



**Figure 94. Courbe maîtresse du glycérol à 20°C ( $\eta = 1.30 \pm 0.01$  Pa.s.) en utilisant les trois techniques différentes.**

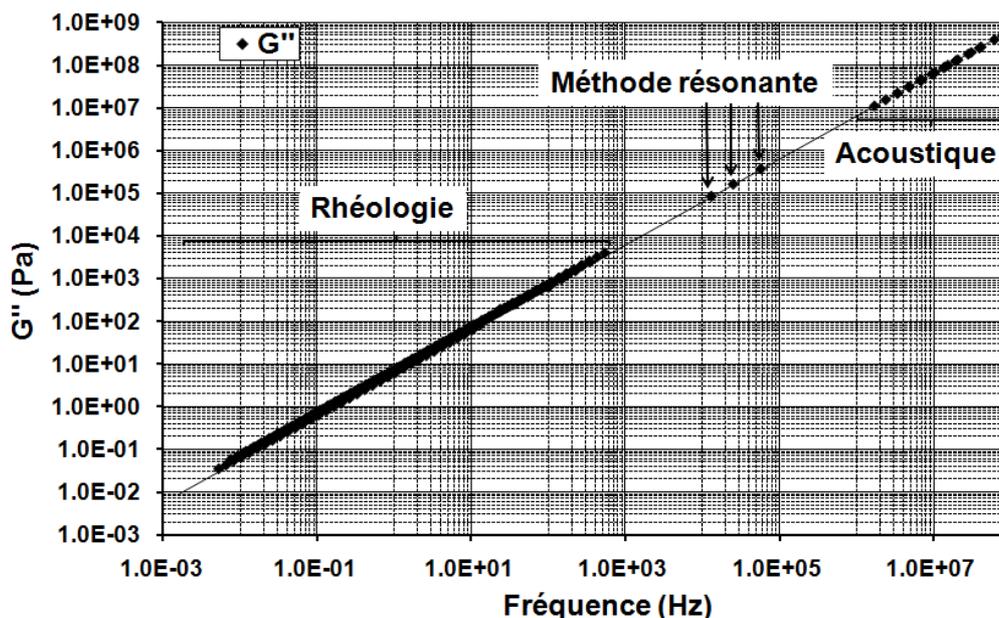


Figure 95. Courbe maîtresse du glycérol à 20°C ( $\eta = 1.04 \pm 0.01$  Pa.s.) en utilisant les 3 techniques différentes

La tendance linéaire de 0.005 Hz à 80 MHz est parfaite et démontre clairement le comportement newtonien de ce matériau. L'ajustement conduit à une viscosité constante de 1.31 et 1.04 Pa.s. Ces valeurs sont en très bon accord avec les valeurs obtenues en utilisant la rhéologie classique. Ces résultats nous ont permis de valider le fonctionnement des sondes résonantes. Nous allons les utiliser maintenant pour la caractérisation d'un matériau plus complexe, le miel.

### - Caractérisation du Miel

Nous avons, lors des études sur le miel, procédé de la même façon que pour le glycérol. Dans cette étude, deux miels différents ont été utilisés : l'un possédant une teneur en eau de 16.5% et l'autre 17% (cette teneur a été mesurée par réfractométrie optique). A titre d'exemple, nous montrons sur la figure 96, un ajustement de la réponse expérimentale obtenue sur le miel à 16.5 % d'eau en utilisant la sonde résonante à 57 kHz. C'est cet ajustement qui permet de remonter aux propriétés du matériau via un modèle d'interaction sonde-matériau.

Les résultats obtenus pour chaque miel en fonction de la fréquence ont été rassemblés dans le tableau XIII.

Matériau d'étude	% d'eau	Sonde 13 kHz		Sonde 57 kHz	
		G' (Pa)	G'' (Pa)	G' (Pa)	G'' (Pa)
miel	16.5	5.0E5	1.5E6	1.3E6	4.0E6
	17.0	3.8E6	1.7E6	1.0E6	6.4E6

Tableau XIII. Données expérimentales des miels obtenues en utilisant les trois sondes résonantes (13, 25 et 57 kHz) pour chaque matériau d'étude à 20°C.

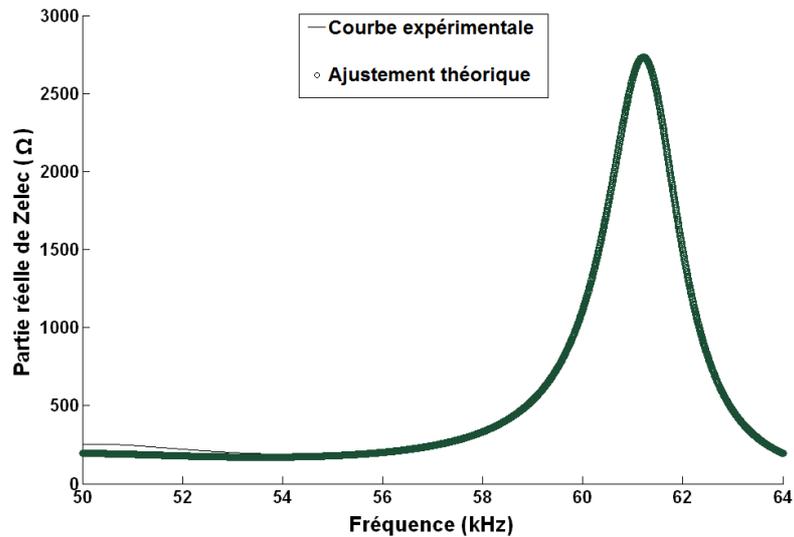


Figure 96. Courbe expérimentale d'un miel et courbe théorique ajustée : obtention des modules dynamiques  $G'$  et  $G''$  à la fréquence de résonance moyenne de 57 kHz.

Les résultats obtenus sont en très bon accord avec les autres techniques utilisées dans cette étude. Ceci peut être observé sur les courbes maîtresses (figures 97 et 98) construites en utilisant les trois techniques abordées dans ce travail.

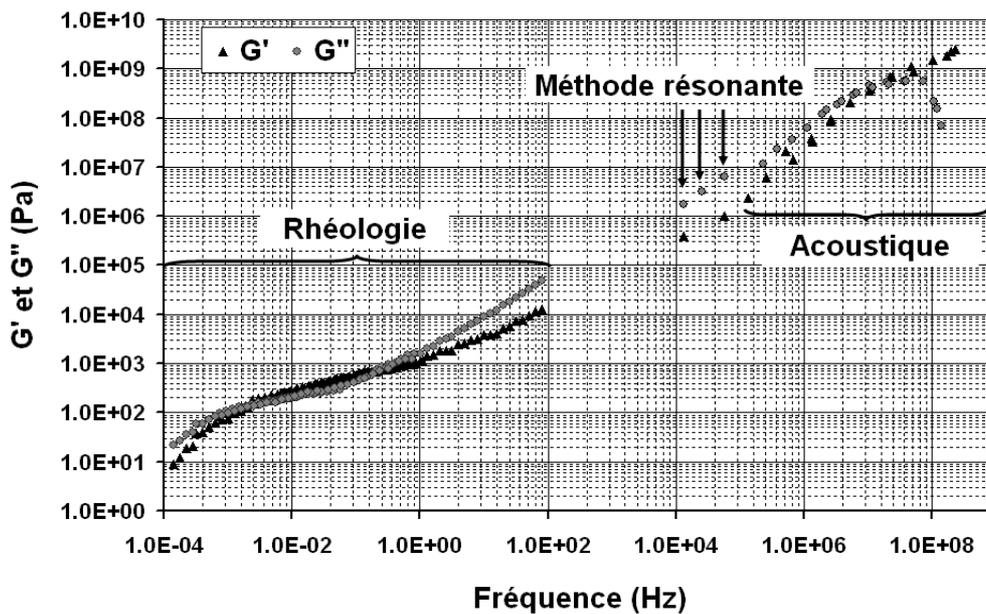
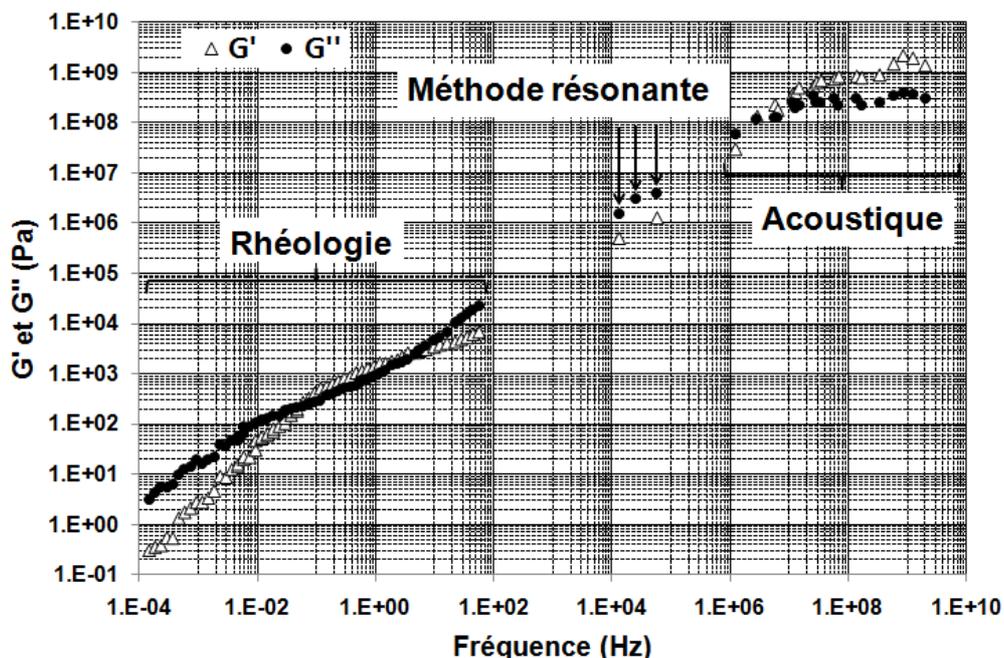


Figure 97. Courbe maîtresse du miel (17% d'eau) obtenue à 20°C en utilisant les 3 techniques différentes et le principe de superposition temps température aux alentours de la température ambiante.



**Figure 98. Courbe maîtresse du miel (16.5% d'eau) obtenue à 20°C en utilisant les 3 techniques différentes et le principe de superposition temps température aux alentours de la température ambiante.**

Les données ultrasonores sont en parfait accord avec les données rhéologiques et les courbes maîtresses résultantes s'étendent sur une gamme de fréquence de 14 décades environ.

En utilisant la rhéologie classique, le début et la fin du plateau caoutchoutique sont clairement visibles. En utilisant la réflectométrie, la transition alpha (associée à la transition vitreuse du matériau) à température ambiante est bien observée. En ce qui concerne ces courbes maîtresses, il est clair que le miel, généralement étudié à basse fréquence et décrit dans la plupart des cas comme un matériau newtonien, est clairement non newtonien. Comme nous pouvons l'observer sur les figures 97 et 98, seule une partie de la courbe maîtresse ( $10^2$  à  $10^4$  Hz) n'a pas de point de mesure.

Outre la connaissance de la courbe maîtresse qui présente un intérêt scientifique pour l'investigation des propriétés de matériaux complexes, des applications ont aussi fait l'objet de travaux.

#### **- Application à la caractérisation de la teneur en eau des miels**

Aujourd'hui, les produits alimentaires doivent satisfaire à de nombreux critères de qualité et de certification avant la commercialisation, en particulier dans les pays industrialisés, où il est nécessaire de disposer de produits alimentaires de haute qualité avec des caractéristiques bien définies. Le miel ne fait pas exception et en Europe, sa composition est réglementée par la directive 74/409/CEE depuis le 22 Juillet 1974 [REF74-REF76].

Le miel est un matériau sucré et visqueux élaboré par les abeilles à partir du nectar des fleurs. Ceci est une définition simpliste de ce matériau, qui exclut le miel fait à partir du miellat. Bien que le miel soit essentiellement une solution saturée de sucres et d'eau, les autres ingrédients qui le composent, associés aux caractéristiques des fleurs à partir desquelles il a été fabriqué, lui donnent un haut degré de complexité. La composition moyenne du miel peut se résumer en trois composantes principales : les sucres, l'eau et les

divers (arômes en particulier). Derrière cette apparente simplicité, se cache un des produits biologiques les plus complexes [REF77, REF78].

Le miel est un produit alimentaire ayant une haute valeur nutritionnelle. Il est une source facilement accessible de sucres, acides organiques, aminoacides et de macro et micro substances biologiquement actives. La teneur en eau du miel est une des caractéristiques les plus importantes qui influence directement sa viscosité, sa densité, sa tendance à cristalliser, son goût et sa conservation. L'eau présente dans le miel est responsable d'une forte interaction entre les molécules de sucre (liaison hydrogène), ce qui laisse peu de molécules d'eau disponibles pour les micro-organismes. La teneur en eau du miel peut varier de 15 % à 21 %. Bien que la législation européenne autorise un maximum de 20 %, les valeurs au-dessus de 18 % peuvent compromettre la qualité finale du produit. En particulier en conditions de forte humidité, le miel peut fermenter sous l'action de levures présentes également dans sa composition. Comme la fermentation détruit les aspects gustatifs du miel, une détermination précise de la teneur en eau est fondamentale. En règle générale, les miels sont classés comme suit : si la teneur en eau reste inférieure à 18%, il n'existe pas de risque de fermentation si la quantité de levure présente dans le miel ne dépasse pas 1000 cfu.g<sup>-1</sup> (colony forming unit per gramme de miel). Entre 18 et 19%, il n'existe pas de risque de fermentation si la quantité de levure présente dans le miel ne dépasse pas 10 cfu.g<sup>-1</sup>. Au delà de 19%, il existe un risque de fermentation.

Traditionnellement, la teneur en eau est évaluée à partir de la mesure de l'indice de réfraction de la lumière : réfractométrie optique ou en utilisant la technique de calorimétrie différentielle à balayage (Differential Scanning Calorimetry - DSC). En ce qui concerne la réflectométrie optique, on trouve dans la littérature une loi d'étalonnage résultant de la moyenne de nombreuses mesures faites par divers auteurs et reliant l'indice optique à la teneur en eau [REF79]. Dans le cas de la DSC, le paramètre étudié est la température de transition vitreuse qui est d'environ -40 °C, mais ceci peut varier beaucoup en fonction de la teneur en eau des miels [REF80, REF81]. Des études très récentes [REF82] ont montré également que la teneur en eau pourrait être évaluée au travers de la mesure des propriétés diélectriques car la teneur en eau influencerait de manière très importante la partie imaginaire de la constante diélectrique.

La technique résonante présentée précédemment peut être utilisée pour la détermination de la teneur en eau des miels. Il convient alors de mesurer la fréquence de résonance ( $f'$ ) et la largeur à mi-hauteur ( $f''$ ) de la résonance de la sonde immergée dans le miel. Pour la réalisation de cette étude, nous avons travaillé à 20°C (régulation dans une enceinte) sur des miels achetés dans le commerce conduisant à des teneurs en eau variant de 16 à 18%. Les teneurs en eau mesurées avec un réfractomètre optique (réfractomètre Atago poche ©), ont été reportées dans le tableau XIV.

Type de Miel	% d'eau ± 0.2
Miel de Châtaigner. Miellerie Rayon D'Or	16.0
Miel Citronnier. Miellerie Rayon D'Or	16.0
Miel Forêt et Sapin (1 <sup>er</sup> lot). Lune de Miel	16.3
Miel de Forêt. Les Miels du Monde	16.5
Miel d'Acacia. Lune de Miel	16.6
Miel Tartimiel. Lune de Miel	17.0
Miel Forêt et Sapin (2 <sup>ème</sup> lot). Lune de Miel	17.1
Miel Carrefour	18.0
Miel Carrefour Discount	18.0

**Tableau XIV. Teneur en eau des miels mesurée avec un réfractomètre à miel (Atago pocket refractometer).**

Nous avons utilisé la sonde résonante à 25 kHz. La figure 99 présente les courbes de résonances de la sonde en fonction des différents miels.

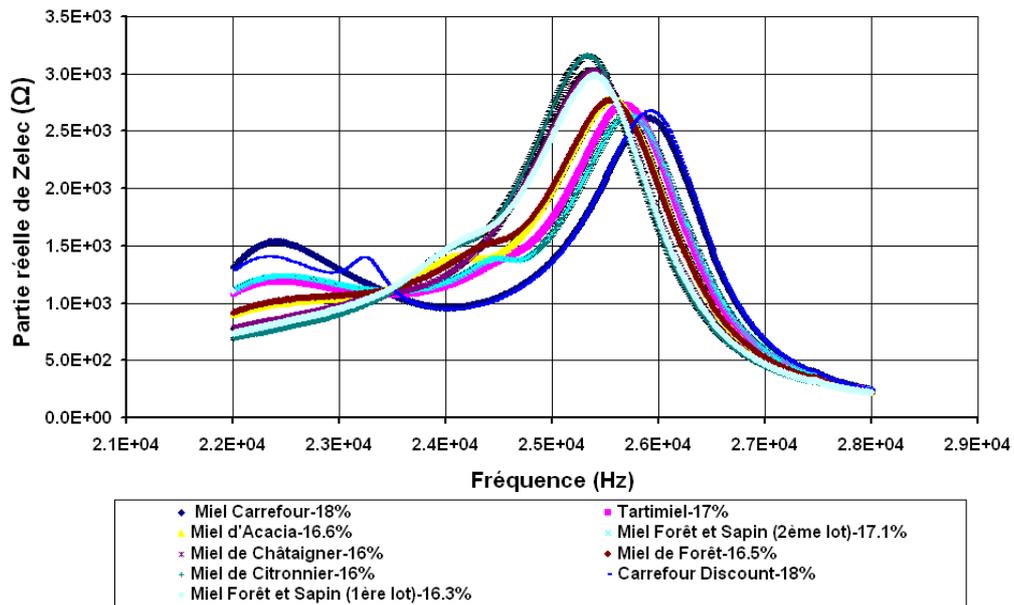


Figure 99. Partie réelle de  $Z_{elec}$  en fonction de la fréquence pour les divers types de miel utilisés dans cette étude.

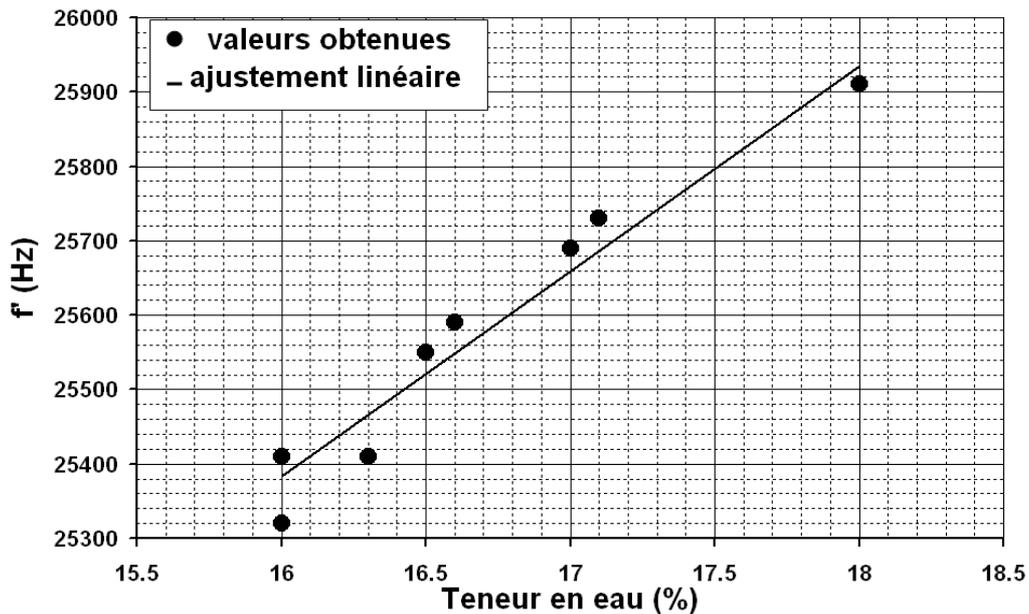


Figure 100. Fréquence de résonance,  $f'$  obtenue en fonction de la teneur en eau des différents échantillons de miel.

En utilisant ces données et sur la base d'une simple régression linéaire, avec un coefficient de détermination ( $R^2$ ) égal à 0.96, la relation suivante a été obtenue :

$$f' \text{ (Hz)} = 275,75 M(\%) + 20972 \quad (39)$$

En utilisant cette relation et le fait que l'incertitude sur  $f'$  est égal 10 Hz (pas d'échantillonnage), l'incertitude sur  $M$ , teneur en eau du miel, peut être calculée. Nous avons, en utilisant la méthode résonante une incertitude pour  $M$  inférieure à 0.2%. Par conséquent, cette méthode s'avère aussi très précise, car elle permet de distinguer des variations très petites de la teneur en eau.

En utilisant le paramètre  $f'$  comme critère contrôle qualité nous pouvons prédire que des miels possédant une fréquence de résonance  $f'$  supérieur 26500 Hz peuvent être considérés comme de mauvaise qualité selon les normes européennes (teneur en eau supérieur à 20%). Ceci n'est qu'un exemple des applications possibles de cette technique dans le domaine du contrôle qualité de produit biologique. Dans le même ordre d'idée, des travaux ont plus récemment été conduits sur la caractérisation des propriétés visqueuses d'eau de coco [ACL30, ACL32].

Enfin, un partenariat a été passé dernièrement avec le CIRAD au sujet de l'utilisation des ultrasons pour la caractérisation des fruits entiers et l'analyse de la transformation des jus de fruits [INS7].

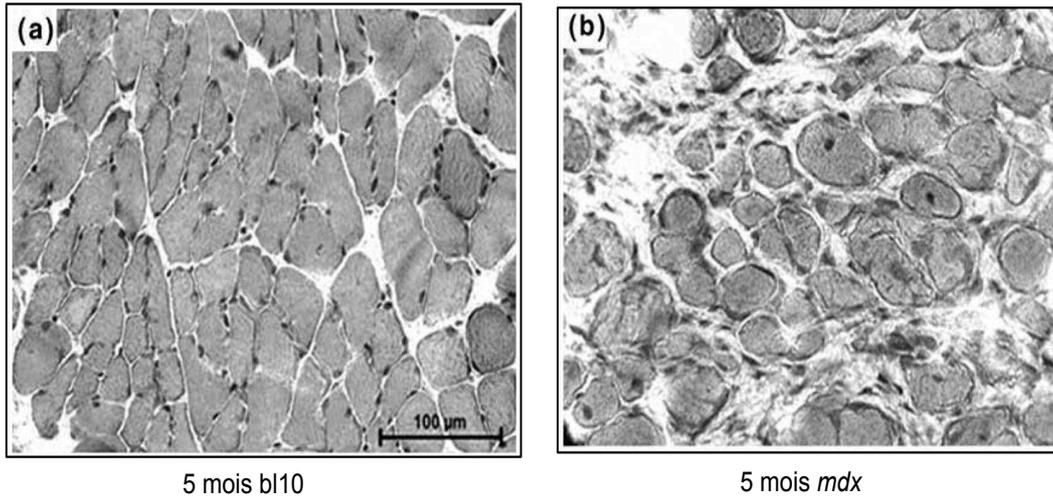
### **2.3.4 Investigation des propriétés mécaniques des muscles**

Un troisième domaine d'application de mes travaux de ces dernières années concerne le développement de méthodes et dispositifs acoustiques pour l'investigation des propriétés de matériau biologique.

En acoustique, les échographes, bien connus pour les échographies traditionnelles prénatales, sont principalement des outils de diagnostic pour les médecins. Ils apportent désormais une imagerie très nette des organes, visualisent la circulation sanguine, détectent les lésions cancéreuses tout en fournissant des images en temps réel. Ils sont d'un intérêt fondamental car ils se distinguent des autres techniques par trois atouts : le caractère non irradiant et inoffensif pour le corps humain ; la faculté à imager le corps en temps réel ; un faible coût, vis à vis des autres techniques d'imagerie. De nombreux domaines de recherche sont touchés par l'utilisation des ultrasons. La caractérisation des os, l'exploration des tissus, l'imagerie fonctionnelle du cerveau, la thérapie par ultrasons, la détection de cancers ou la détection de cirrhose dans le foie, sont des exemples de possibilités offertes par les ultrasons en médecine.

Nos travaux viennent s'ajouter à ce domaine de recherche. Nous proposons deux méthodes, une méthode échographique et une méthode résonante, pour étudier les propriétés mécaniques des tissus musculaires. Ces travaux ont été initiés dans le cadre d'une collaboration avec le groupe « Muscle et Pathologies » de l'INSERM ERI25, et concernaient le comportement mécanique de muscles squelettiques altérés par la dystrophie musculaire de Duchenne (DMD). Ces travaux ont été soutenus par l'université Montpellier 2 de 2003 à 2010 au travers de deux plans pluri-formation Biostic [INS4, INS6].

La dystrophie musculaire de Duchenne est une maladie héréditaire liée au chromosome X. Elle touche dès la naissance 1 garçon sur 3500 en France. C'est l'une des dystrophies les plus sévères qui se caractérise par une faiblesse musculaire. Cliniquement la détection de la maladie n'est perceptible qu'à partir de l'âge de 2 à 3 ans. Vers l'âge de 10 ans, un patient atteint de DMD ne peut plus se déplacer tout seul. C'est à cet âge qu'apparaissent également des difficultés respiratoires ou cardiaques. A l'âge de 20 ans, les patients meurent généralement d'une insuffisance cardiaque, respiratoire, ou d'infection pulmonaire. **Le modèle animal représentatif de cette pathologie est la souris *mdx* qui, sur son diaphragme, présente une atteinte comparable à l'homme. La souris BL10 est la souris saine de référence.**



**Figure 101. Dégradation cellulaire causée par la DMD sur un diaphragme *mdx* et comparée à un diaphragme sain (*bl10*) (J. Gayraud, S. Matecki, K. Hnia, D. Mornet, C. Prefaut, J. Mercier, A. Michel, M.J. Ramonatxo (2007). « Ventilation during air breathing and in response to hypercapnia in 5 and 16 month-old *mdx* and C57 mice ». *Muscle Res Cell Motil* 28(1) : 29-37)**

Le tissu musculaire est principalement composé de fibres musculaires (une centaine de fibres de taille allant jusqu'à 30 cm de long pour 0,1 μm de large), globalement semblables entre elles. Les fibres musculaires possèdent de nombreuses orientations spatiales et sont donc anisotropes. Cependant dans certains cas comme les tissus musculaires du biceps, les fibres musculaires sont réparties de manière parallèle, si bien qu'en observant perpendiculairement à l'axe des fibres, sur un seul plan spatial, nous pouvons considérer le milieu comme isotrope. Sous l'effet d'une faible contrainte (inférieure à 2 %) la déformation du tissu est petite et l'on peut considérer son comportement comme linéaire. Avec ces hypothèses, nous pouvons utiliser un modèle mécanique simple pour représenter les propriétés mécaniques du tissu musculaire, à savoir le solide élastique de Hooke. Il s'agit alors de l'étude d'un solide élastique isotrope qui subit de petites déformations.

Dans le cas particulier du tissu musculaire, le coefficient de Poisson  $\nu$  est très voisin de 0.5. Ce qui est caractéristique des milieux incompressibles comme les tissus mous. Le module d'Young peut alors s'écrire [REF83] :

$$E \approx 3\mu \quad (40)$$

D'autre part l'une des caractéristiques des milieux mous est qu'une compression dynamique entraîne la propagation d'une onde de cisaillement [REF84, REF85]. Les modules de compression et de cisaillement s'expriment en fonction de la vitesse longitudinale  $V_L$ , la vitesse de cisaillement  $V_T$  et de la densité du milieu  $\rho$ . Ils s'expriment selon :

$$\lambda = \rho V_L^2 \quad (41)$$

$$\mu = \rho V_T^2 \quad (42)$$

De l'expression du module de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement et de la densité du milieu,  $E$  peut s'écrire :

$$E = 3\rho V_T^2 \quad (43)$$

L'équation précédente montre que dans la mesure où la densité du tissu musculaire varie peu, pour en connaître la rigidité, il suffit de mesurer la vitesse des ondes de cisaillement qui le traversent. C'est ce principe simple qui est mis en œuvre dans les techniques d'élastographie pour mesurer l'élasticité du tissu musculaire [REF86, REF87].

L'échographie peut être considérée comme un examen de première intention pour l'analyse de la pathologie musculaire. La technique échographique, qui consiste à interroger un milieu à l'aide d'une impulsion ultrasonore et à analyser les échos générés par des hétérogénéités, peut être utilisée. Ces hétérogénéités peuvent être des organes, des amas de graisse ou des défauts. Le traitement du signal rétrodiffusé peut alors apporter des informations d'atténuation, de distance, de temps, de vitesse, de l'onde ultrasonore pour caractériser la nature du milieu. L'échographie est principalement utilisée en pathologie musculaire pour le diagnostic, le traitement et le suivi des lésions traumatiques, comme les contractions, les déchirures, les hématomes [REF88, REF89].

L'élastographie regroupe l'ensemble des techniques ultrasonores réalisées pour la caractérisation de l'élasticité des tissus ou du comportement élastique des tissus soumis à une contrainte donnée. Il existe de nombreuses méthodes ultrasonores dans ce domaine. Elles divergent soit par le système d'excitation soit par le système de réception du signal et peuvent être regroupées en trois sous-ensembles : les méthodes statiques [REF90], les méthodes vibratoires [REF91], et les méthodes transitoires [REF92, REF93, REF94, REF95, REF96]. Ces techniques sont décrites avec plus de détails dans [THES7]. Quelques appareils sont commercialisés. Citons en France, le Fibroscan, un outil breveté pour les applications médicales en 2003. Fibroscan est un appareil qui fonctionne sur le principe de l'élastographie impulsionnelle. Il permet de quantifier la fibrose hépatique chez les patients atteints par l'hépatite C. Mais il n'existe pas d'appareillage spécifique pour la caractérisation de l'état pathologique d'un muscle. En ce sens, le développement des systèmes d'observations ultrasonores pour la caractérisation des propriétés mécaniques des tissus nous a paru d'un intérêt dans le domaine médical, notamment si cela pouvait déboucher sur des outils de diagnostic pertinents pour les pathologies affectant les tissus musculaires.

### - Mesures échographiques

Une première thèse a été réalisée au sein du laboratoire par A. Leydier [REF97]. L'objectif était de développer une méthode ultrasonore quantitative afin d'aider au diagnostic des pathologies musculaires. Elle a développé une méthode échographique nécessitant la conception d'un capteur ultrasonore haute fréquence (50 MHz) et a caractérisé des diaphragmes de souris âgées de 3 mois et de 10 mois. Les paramètres acoustiques étudiés pour caractériser le diaphragme de souris ont été la vitesse longitudinale  $V_L$  et l'atténuation acoustique  $\alpha$ . L'épaisseur des diaphragmes a également été mesurée. La Figure 102 montre l'atténuation des ultrasons en  $\text{dB}\cdot\text{mm}^{-1}$  en fonction du pourcentage de zone non musculaire chez la souris *mdx*, déficiente en dystrophine.

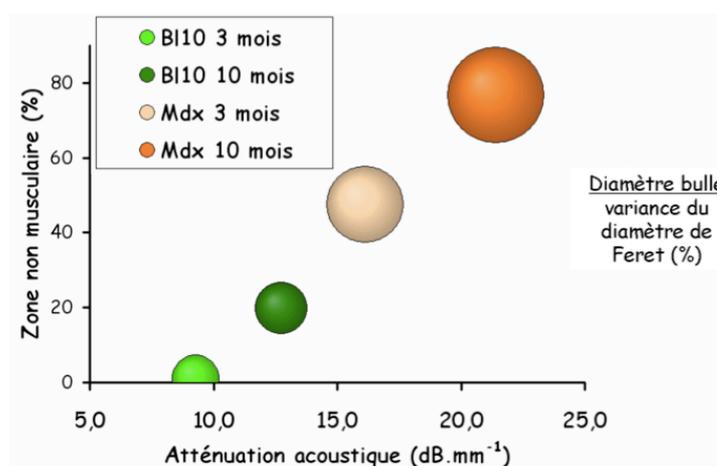
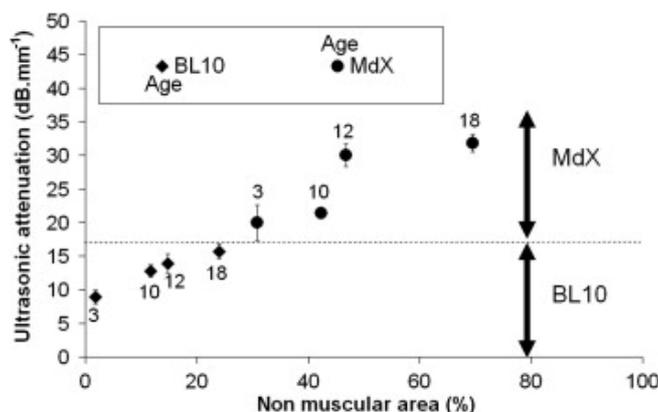


Figure 102. Corrélation de l'atténuation ultrasonore  $\alpha$  et du pourcentage de zone non musculaire pour des diaphragmes de souris bl10 et *mdx* âgées de 3 et 10 mois. [REF97]

Il a été montré que l'atténuation couplée au pourcentage de zone non musculaire du diaphragme peut être utilisée comme un paramètre acoustique pour caractériser les tissus musculaires. Ces résultats ont été obtenus *in vitro*. Le pourcentage de zone non musculaire est un paramètre biologique mesuré en fonction de la surface occupée par le tissu conjonctif. L'observation est effectuée sur plusieurs coupes transversales de tissus musculaires et permet d'obtenir un pourcentage de zone non musculaire. D'autre part la variation du diamètre de Feret (représentatif de l'étendue spatiale d'une particule dans une direction donnée) permet d'évaluer le diamètre moyen des cellules. Les cellules de moins en moins nombreuses ont tendance à grossir pour occuper l'espace libre. Le muscle est alors remplacé par des zones qui peuvent être des zones de nécroses ou d'adiposes en fonction de l'âge de la souris et l'état de régénération des cellules.

Dans le cadre de ses travaux de thèse, H. Blasco [THES7] a complété les données permettant d'établir une corrélation entre l'atténuation et le pourcentage de zone non musculaire en fonction de la progression de la maladie. Nous avons également mesuré l'effet d'un traitement thérapeutique à la nandrolone sur les diaphragmes de souris âgées de 2 mois et demi. Des mesures ultrasonores ont été effectuées sur des diaphragmes de 15 souris pour chaque tranche d'âge. Cela a permis de disposer de 400 mesures. Comme le montre la figure 103, l'atténuation ultrasonore mesurée sur le diaphragme varie de 9 à 32 dB/mm. Cette atténuation augmente avec l'âge de la souris et est plus élevée dans le cas de souris pathologiques.



**Figure 103. Atténuation ultrasonore en fonction du pourcentage de zone non musculaire pour des lots de souris pathologiques et saines d'âges différents.**

Ainsi une conclusion importante est que l'atténuation ultrasonore du diaphragme est un indicateur permettant de différencier les souris saines (BL10) des souris pathologiques (Mdx). Bien que l'atténuation augmente avec l'âge, quel que soit l'âge des souris saines, l'atténuation reste inférieure à celle des plus jeunes souris pathologiques. De plus, un lien apparaît entre l'atténuation et le pourcentage de zone non musculaire : au cours de l'évolution de la maladie, des tissus fibreux et adipeux remplacent les cellules musculaires et l'atténuation augmente.

Ces travaux sont très intéressants notamment si l'on regarde les récents travaux de Tanveer [REF98] sur la biopsie de la peau. Les auteurs ont démontré que la structure de la peau était affectée par la DMD. Des mesures ultrasonores non invasives, directement réalisées sur la peau de patients pourraient être un indicateur de l'état d'avancement de la maladie.

## - Technique acoustique résonante

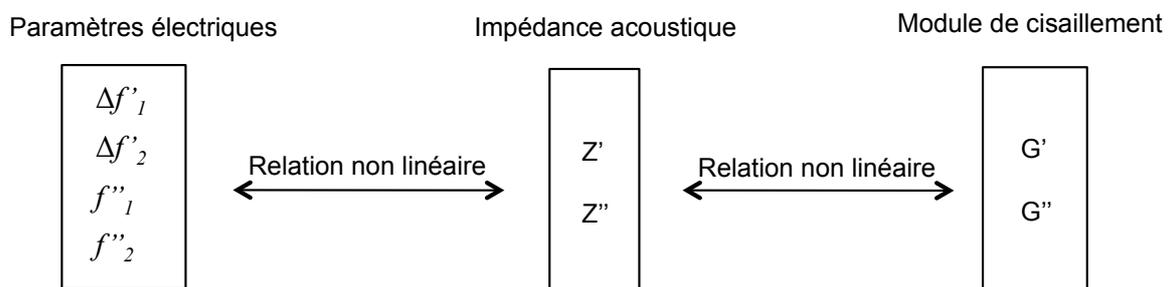
En parallèle de la technique échographique plutôt dédiée à l'étude des diaphragmes de souris, des travaux ont eu pour objet de s'intéresser aux potentialités de la technique résonante présentée précédemment pour la caractérisation des muscles. Le tissu musculaire en contact avec la pointe du capteur constitue une charge mécanique qui modifie son état de résonance.

Comme nous l'avons présenté précédemment, nous avons modélisé l'interaction de la pointe du capteur résonant avec des matériaux (élastiques, visqueux, viscoélastiques), considérés comme une charge de surface plane sur un support rigide. Cette modélisation permet de lier l'impédance acoustique en bout de pointe aux modules de cisaillement des matériaux. Nous en avons déduit un modèle simplifié (modèle analytique du coussin), associé à la déformation applicable dans le cas de tissus musculaires. Cette modélisation nous a permis par exemple de calculer les zones de sensibilité de différentes sondes.

Rappelons que les étapes de modélisation de la réponse du capteur sont les suivantes :

- module de cisaillement ( $G'$ ,  $G''$ ) par le modèle d'éléments finis ou le modèle du coussin,
- modélisation de l'impédance acoustique  $Z_{acoustique}(Z', Z'')$ ,
- modélisation de l'impédance électrique caractéristique de la résonance du capteur ( $\Delta f'_1$ ,  $\Delta f'_2$ ,  $f''_1$ ,  $f''_2$ ).

Pour établir la gamme de sensibilité à partir du système résonant il faut prendre en compte des relations non linéaires entre les différentes étapes de modélisation.



**Figure 104. Relations non linéaires entre les différentes étapes de modélisation de la sonde.**

Intéressons nous par exemple à l'établissement du domaine d'utilisation d'une sonde résonante. Nous définissons ce domaine par la gamme où les 2 pics observés permettent la mesure des 4 paramètres électriques. En effet, lorsque  $Z_{acoustique}$  est grand, la résonance du corps et la résonance de la pointe se mélangent et le système ne présente plus qu'une seule résonance, le système est alors supposé moins bien utilisable. La figure 105 illustre les modifications de la réponse du capteur considéré (courbe de résonance) en fonction des parties réelles et imaginaires de l'impédance de charge.

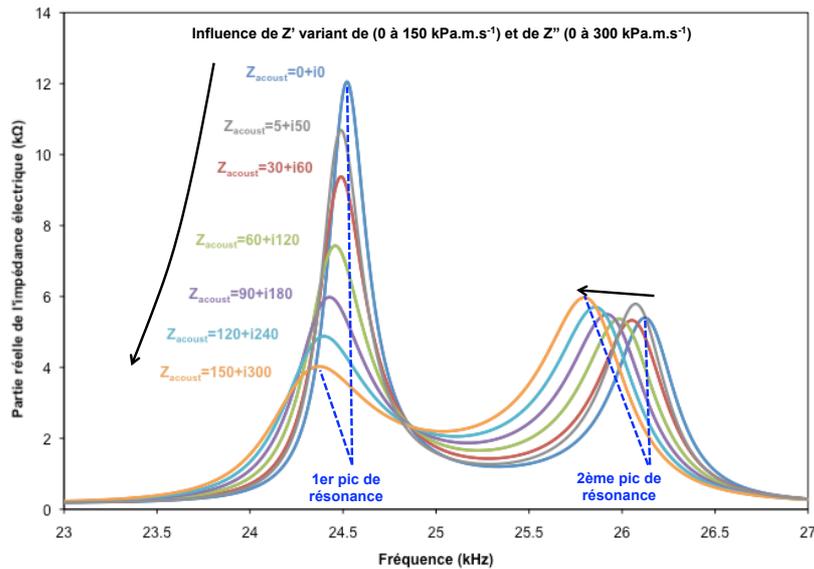


Figure 105. Influence de l'impédance acoustique complexe sur la courbe de résonance.

Nous pouvons ainsi par exemple représenter la gamme de sensibilité complète telle que définie précédemment en fonction des valeurs  $Z'$  et  $Z''$  (Figure 106).

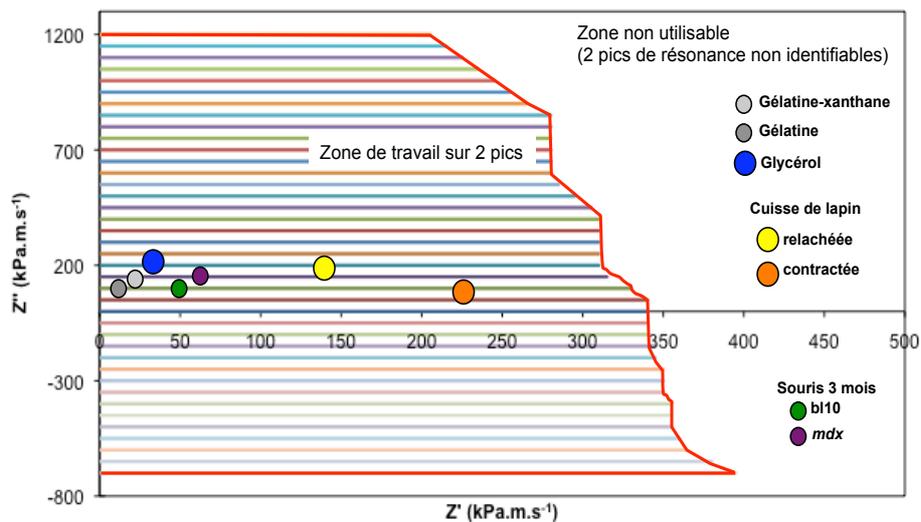
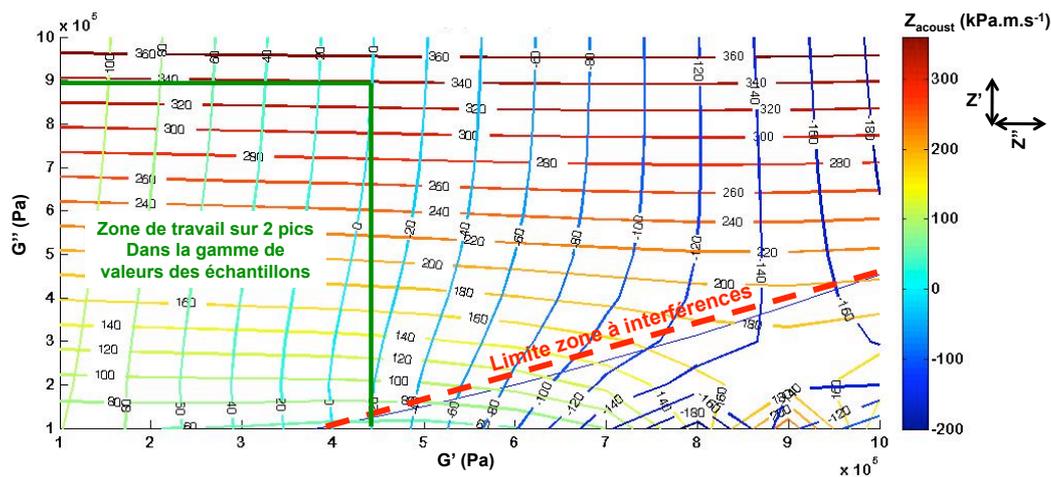


Figure 106. Gamme de sensibilité de la sonde dans l'espace  $Z'$ ,  $Z''$ . Les points représentés sont ceux trouvés expérimentalement.

Nous n'avons pas pris les  $Z'$  négatifs car cela n'a pas de sens physique. Au delà de cette zone, les 2 pics se mélangent, ou bien rentrent dans une zone d'instabilité que nous avons définie comme zone non utilisable.

Les paramètres acoustiques  $Z'$  et  $Z''$  sont quant à eux liés aux paramètres  $G'$  et  $G''$  du module de cisaillement. La zone présentée ci-dessus impose donc une zone possible dans l'espace  $G'$ ,  $G''$  pour une sonde donnée, en l'occurrence celle développée pour la caractérisation de muscle.



**Figure 107. Comportement calculé par éléments finis, de l'impédance électrique en fonction du couple de valeurs  $G'$  (module élastique variant de 10 kPa à 100 kPa) et  $G''$  (module de perte variant de 10 kPa à 100 kPa).**

Avec cette méthodologie, il est possible pour des applications futures de concevoir d'autres types de sondes en jouant sur la géométrie de la sonde. Pour des applications futures, une étude sur la sensibilité de nouvelles sondes peut donc être envisagée pour éviter ces effets de saturation. Tous ces résultats sont détaillés dans la thèse de H. Blasco.

### 2.3.5 Conclusion

Comme nous venons de la voir, l'utilisation de méthodes acoustiques et plus spécifiquement de méthodes résonantes est d'un grand intérêt pour la caractérisation des propriétés de matériaux du domaine agronomique et biologique. Je me suis attaché aux cours de ces dernières années à regarder les potentialités de ces méthodes par le biais de collaboration avec nos partenaires de l'UM1 et du CIRAD. Ces actions continuent au niveau de notre équipe avec un souhait afficher d'ajouter ces techniques résonantes aux autres moyens d'investigation acoustique.

#### Bilan :

<p><b>Production Scientifique :</b>          ACL11, ACL23, ACL25, ACL30, ACL32, OS2,          ACLN1, ACTI9, ACTI12, ACTI20, ACTI28,          ACTN7, ACTN8, ACTN10, ACTN13, COM10,          COM13, AFF12, AFF16</p>	<p><b>Partenariats :</b>          INS4, INS6, INS7</p>
	<p><b>Thèses :</b> THES4, THES6, THES7  <b>Stages :</b> ST6, ST14, ST16, ST29, ST31</p>

# ***Que vais-je faire ?***

---

Mon Projet de Recherche



Revenons tout d'abord sur le projet de notre groupe de recherche, présenté lors de la visite du comité AERES début Janvier 2014. « Le groupe MICRO (Micro Capteurs, acoustique et matériaux) résulte de la volonté de membres de l'IES de mettre en commun leurs compétences afin de proposer un projet autorisant la réalisation et la mise en œuvre de systèmes de mesure complexes. La force de ce nouveau groupe résulte de la maîtrise de l'intégralité des étapes essentielles de conception et de réalisation de capteurs. Les expertises complémentaires de ses différents membres permettront au groupe MICRO de réaliser la synthèse de matériaux fonctionnels, leur caractérisation, leur intégration au sein de (micro-) dispositifs basés sur l'analyse des phénomènes multi-physiques et multi-échelles contraignant leur conception et leur interaction avec un milieu ou un matériau, ainsi que le développement de traitements du signal en autorisant une évaluation ou un contrôle. En résumé, les projets du groupe MICRO viseront au développement de micro-dispositifs de haute technologie basés sur une compréhension fine des phénomènes physiques sous-jacents permettant de proposer aux organismes publics ou privés des outils d'aide à la décision dans les domaines de la sécurité nationale, de l'environnement ou de l'amélioration des soins apportés aux malades ».

Mon projet de recherche se situe pleinement dans ce contexte.

## **1. Instrumentation acoustique en milieux hostiles**

Comme je vous l'ai présenté précédemment, les travaux de recherche auxquels j'ai pris part, ont permis de développer en un peu plus d'une dizaine d'années, de nombreuses compétences en instrumentation acoustique en milieux hostiles.

Un des verrous identifié pour de futurs développements est la tenue en température des dispositifs proposés. Dans le cadre d'une collaboration avec le CEA, nous avons lancé, avec Philippe Combette et Eric Rosenkrantz des travaux plus amonts (thèse en cours, 2012-2015) sur la réalisation de capteurs acoustiques fonctionnant à haute température (au delà de 220°C et jusqu'à 350°C, gamme de températures correspondants aux futures irradiations dans les réacteurs expérimentaux). Cela inclue la recherche de matériaux piézo-électriques adéquats, de leurs technologies de mise en œuvre ainsi que du mode de couplage du transducteur sur une paroi (métallique ou céramique) de confinement des gaz sous pression. En plus des technologies traditionnelles de brasure d'éléments piézo-électriques sur métaux, une autre voie technologique est envisagée : la sérigraphie. Cette technologie permet de déposer en couches épaisses le matériau actif adéquat directement sur les parois de la chambre de mesure. Il conviendra par ailleurs d'optimiser les performances de ces capteurs en terme de sensibilité et de bande passante. Une première partie des travaux consistera à s'approprier la technique de sérigraphie pour la réalisation de couches épaisses, à développer les outils et bancs de caractérisation complets des matériaux et empilements réalisés avec les matériaux existants, et à caractériser théoriquement ces systèmes en terme de sensibilité. Les caractérisations concernent les propriétés diélectriques et piézo-électriques des matériaux, leur polarisation en fonction des formulations des PZT et des mises en œuvre. Cette phase permettrait d'optimiser le fonctionnement de capteurs dans la gamme de température jusqu'à 200°C. Une seconde partie des travaux consistera en l'adaptation de cette technologie pour des hautes températures. Il conviendra de rechercher voire de reformuler des pâtes piézo-électriques pour les applications au delà de 200°C. La caractérisation des matériaux mais aussi des performances des empilements obtenus, en fonction de la température sera nécessaire. Un travail spécifique portera sur le développement et la caractérisation de matériaux pouvant être utilisés comme amortisseur ou en tant que lame d'adaptation en haute-température (thèse programmée, 2014-2017). Enfin, nous traiterons l'intégration dans des capteurs acoustiques, des solutions technologiques trouvées et la caractérisation des performances de ces dispositifs en fonction

de la température. Un intérêt particulier sera porté à l'analyse théorique des performances et de la sensibilité pour les applications de mesure de composition.

A l'issue de ces travaux, il a déjà été envisagé de développer la seconde génération de capteurs acoustiques de mesure de composition (thèse envisagée, 2015-2018). Il conviendra de proposer un dispositif avec des performances optimisées pour une utilisation dans les conditions de type REMORA 3 (température de fonctionnement inférieure à 200°C) et de rechercher des solutions pour des conditions de type RJH (au delà de 220° et jusqu'à 350°). Plusieurs axes sont identifiés. Une première partie des travaux pourrait consister à regarder la faisabilité d'un fonctionnement de type transmission pour optimiser le gain du signal et pouvoir travailler à des pressions plus basses lors du remplissage du crayon initial. Ces travaux seront liés aux données CEA relatives à la représentativité des gaz à l'endroit de la mesure fixant ainsi une température de fonctionnement, un volume libre maximal, un temps de transfert. Un pré-prototype de laboratoire permettra la caractérisation des dispositifs. Une seconde partie concernera l'intégration de solutions technologiques (issues de la première tâche ou résultats d'autres travaux) conduisant à la conception, au test et la validation de prototypes industriels. Ces travaux seront réalisés en étroite collaboration entre l'IES et le CEA afin de réaliser un (ou plusieurs) cahier des charges pour la fabrication de prototype industriel implantable sur les dispositifs d'irradiation. Ces prototypes seront qualifiés en température et sous flux. Enfin, une partie des travaux concernera le développement de l'instrumentation, des logiciels de pilotage, de mesure et de traitement de données optimisant la sensibilité du capteur.

En ce qui concerne les travaux pour la mesure sur les tubes, aujourd'hui, notre dispositif connaît des limites pour les mesures pour mélanges gazeux à fort pourcentage d'hélium. Nous proposons avec Gérard Lévêque d'étudier les causes de cette limite par modélisation numérique. En fonction des résultats de cette modélisation, nous concevrons de nouveaux capteurs en testant par exemple des solutions non abordées jusqu'ici (travail dans des gammes fréquentielles autres que la fréquence de transparence du tube). Nous devons par ailleurs intégrer la problématique liée à la miniaturisation du dispositif pour une future intégration sur site de production.

## **2. Dispositifs de caractérisation de milieux biologiques**

La seconde partie du projet concerne le développement d'actions de caractérisation de milieux biologiques. Ces actions visent à consolider nos collaborations avec les pôles d'excellence montpelliérains.

Dans le secteur de l'agronomie, une collaboration de recherche est en cours avec l'UMR QualiSud. Au sein de cette unité, les partenaires issus de l'UM1, UM2, le CIRAD et Sup-Agro ont choisi de collaborer sur l'implémentation des méthodes rhéo-acoustiques pour la caractérisation des fluides agro-alimentaires. Très concrètement, nous souhaiterions, avec Didier Laux, mettre au point une méthode expérimentale de caractérisation de la dynamique de formation du dépôt utilisant les ondes acoustiques. Un travail préliminaire consistera à analyser la propagation des ultrasons au travers des membranes céramiques ex situ. Dans une seconde étape, la transposition in situ durant la filtration sera envisagée. Ces membranes céramiques sont de forme tubulaire et les compétences acquises sur le développement de capteurs pour des mesures sur les tubes métalliques seront transférées. L'objet final serait de développer à moyen ou long terme un outil permettant de suivre in situ durant l'opération de filtration tangentielle, la façon dont le dépôt se développe et se localise en temps réel sur la membrane, sans en perturber la formation.

Dans le domaine du biomédical, je souhaiterais approfondir les travaux initiés pour la caractérisation de l'élasticité de tissus musculaires destinée au diagnostic de certaines

myopathies humaines. Cela impose une meilleure prise en compte de la propagation des ondes acoustiques dans un milieu complexe comme un muscle. Eric Rosenkrantz apportera des outils de modélisation indispensable à cette analyse. Cela pourrait par ailleurs être transposable pour le développement des dispositifs initiaux au diagnostic per ou post-opératoire de la souffrance du myocarde. Cette étude, menée dans le cadre d'une thèse co-dirigée avec l'équipe de Chirurgie Cardiaque du CHRU de Montpellier, est encadrée par Emmanuel Le Clezio et Didier Laux. Elle a pour objectif de développer un outil ergonomique et précis d'aide à la décision facilitant le travail du chirurgien lors de l'opération et autorisant la quantification, en post-opératoire, des traumatismes éventuels induits par la cardioplégie.

J'ai débuté mes recherches en acoustique en 1997, par le développement de dispositifs résonants pour la caractérisation de liquides complexes. Nous avons montré la grande sensibilité de ces dispositifs pour le suivi des changements d'état par exemple. Le séchage de gouttes de sang humain fait l'objet depuis quelques années d'études spécifiques. Des travaux visent à comprendre le lien entre la dynamique du séchage et l'état de santé. Des débouchés sont également étudiés dans le domaine de l'investigation criminelle pour la datation d'événements sanglants. Lors du séchage du sang, nous ne sommes pas en mesure de quantifier la dynamique de gélification tel que le module d'élasticité ou la viscosité du milieu. Nous aimerions développer des méthodes de caractérisation par ultrasons permettant de remonter aux propriétés mécaniques et rhéologiques de fluides complexes en utilisant un substrat soumis à des ultrasons. Les systèmes résonants à base de lames vibrantes semblent être de bons candidats pour proposer des dispositifs innovants.



# *Annexes*

---

- 1. Production scientifique**
- 2. Partenariats**
- 3. Co-encadrement de thèses**
- 4. Encadrement de stages**
- 5. Références**
- 6. Publications significatives**



## ANNEXE 1 : Production Scientifique

---

DOCT1. JY. Ferrandis, Développement d'une technique acoustique en champ proche et application à la caractérisation locale des matériaux. Thèse de doctorat, Montpellier II, 2000.

**ACL** : Articles dans des revues internationales ou nationales avec comité de lecture répertoriées par l'AERES ou dans les bases de données internationales (ISI Web of Knowledge, Pub Med...).

ACL1. H. Nounah, JY. Ferrandis, B. Cros, G. Lévêque, A. Moudden, Acoustic near field process for the characterization of non-miscible liquids, *Sens. Actuators B Chem.*, 59(1), (1999) 48-53. doi: 10.1016/S0925-4005(99)00180-X

ACL2. B. Cros, JY. Ferrandis, Characterization of the cement setting by acoustic near-field, *Sens. Actuators B Chem.*, 60(2), (1999) 200-207. doi: 10.1016/S0925-4005(99)00271-3

ACL3. B. Cros, JY. Ferrandis, M. Pauthe, Study of the polymer processing by acoustic near field, *Revue de Métallurgie*, 96(12), (1999) 1537-1545.

ACL4. G. Lévêque, JY. Ferrandis, J. Van Est, B. Cros, An acoustic sensor for simultaneous density and viscosity measurements in liquids, *Rev. Sci. Instrum.*, 71(3), (2000) 1433-1440. doi: 10.1063/1.1150476

ACL5. JY. Ferrandis, H. Nounah, B. Cros, Sensitivity of the second resonance mode of a near-field acoustic sensor to viscoelastic media : investigation of bitumens, *Eur. Phys. J - AP*, 10(2), (2000) 149-155. doi: 10.1051/epjap:2000100

ACL6. B. Cros, A. Ramdani, JY. Ferrandis, Study of the setting of Portland cement by an acoustic near field technique, *Revue de Métallurgie*, 97(12), (2000), 1525-1533. doi: 10.1051/metal:2000126

ACL7. B. Cros, JY. Ferrandis, G. Despaux, Characterisation of the chemical bond in novel materials by the study of the acoustic signature, *Sens. Actuators B Chem.*, 76(3), (2001) 108-114. presented at 8th International Meeting on Chemical Sensors (IMCS-8), Basel, Switzerland, Jul 02-05, 2000, doi: 10.1016/S0925-4005(01)00595-0.

ACL8. B. Cros, M. Pauthe, M. Rguiti, JY. Ferrandis, On-line characterisation of silica gels by acoustic near-field, *Sens. Actuators B Chem.*, 76(3), (2001), 115-123, presented at 8th International Meeting on Chemical Sensors (IMCS-8), Basel, Switzerland, Jul 02-05, 2000, doi: 10.1016/S0925-4005(01)00598-6

ACL9. A.Ramdani, B. Cros, M. Sidki, JY. Ferrandis, Acoustic near field technique for characterization of liquids, bitumen and cement setting, *Eur. Phys. J - AP*, 15(1), (2001) 69-76. doi: 10.1051/epjap:2001168

ACL10. JY. Ferrandis, G. Lévêque, In situ measurement of elastic properties of cement by an ultrasonic resonant sensor, *Cem. Concr. Res.*, 33(8), (2003), 1183-1187. doi: 10.1016/S0008-8846(03)00040-1

ACL11. M. Valente, JY Ferrandis, Evaluation of textural properties of mango tissue by a near-field acoustic method, *Postharvest Biol. Technol.*, 29(2), (2003) 219-228. doi: 10.1016/S0925-5214(02)00252-1

ACL12. P. Tordjeman, JY. Ferrandis, Terminal zone behavior of silicate glass melts, *J. Non-Newtonian Fluid Mech.*, 117(1), (2004), 63-70. doi: 10.1016/j.jnnfm.2003.12.002

ACL13. E. Caplain, G. Despaux, JY. Ferrandis, J. Attal, Wide-range viscoelastic measurement using resonating sensors, *Ultrasonics*, 42, (2004), 569-572. presented at Ultrasonics International 2003 Meeting, Granada, Spain, Jun 30-Jul 03, 2003, doi: 10.1016/j.ultras.2004.01.033

- ACL14. A.Ramdani, M. Sidki, H. Rhminu, JY. Ferrandis, Acoustic near-field technique for characterization of bitumen and polymer processing, *Sens. Actuators A Phys*, 120(1), (2005) 94-100.A. doi: 10.1016/j.sna.2004.11.020
- ACL15. M Rguiti, JY. Ferrandis, Adaptation of the near-field acoustic sensor to the measurement of the media properties, *Sens. Actuators A Phys*, 120(2), (2005) 390-396, doi: 10.1016/j.sna.2005.01.005
- ACL16. JY. Ferrandis, S. Tingry, J. Attal, P. Seta, Acoustic sensors for the control of liquid-solid interface evolution and chemical reactivity, *Material Sci. Eng. C*, 26 (2006) 218-221 selected papers presented at the MADICA 2004 Conference, Fourth Maghreb-Europe Meeting on Materials and their Applications for Devices and Physical, Chemical and Biological Sensors Tunis-Ghammart, Tunisia, Nov 29 - Dec 01, 2004, doi: 10.1016/j.msec.2005.10.070
- ACL17. D. Laux, JY. Ferrandis, J. Bentama, M. Rguiti, Ultrasonic investigation of ceramic clay membranes, *Appl. Clay Sci.*, 32 (2006) 82-86. doi:10.1016/j.clay.2005.09.001
- ACL18. J. Mendret, C. Guigui, C. Cabassud, N. Doubrovine, P. Schmitz, P. Duru, JY. Ferrandis, D. Laux, Development and comparison of optical and acoustic methods for in situ characterisation of particle fouling, *Desalination*, 199 (1-3) (2006) 373-375 presented at the Conference of the European-Membrane-Society, Euromembrane2006, Giardini Naxos, Italy, Sept 24-28, 2006, doi: 10.1016/j.desal.2006.03.212
- ACL19. D. Laux, JY. Ferrandis, G. Lévèque, JM. Gatt, Elastic properties of composites : Periodical homogenisation technique and experimental comparison using acoustic microscopy and resonant ultrasonic spectroscopy, *Ultrasonics*, 45(1-4) (2006) 104-112, doi:10.1016/j.ultras.2006.07.014
- ACL20. R. Arinero, G. Lévèque, P. Girard, JY. Ferrandis, Image processing for resonance frequency mapping in atomic force modulation spectroscopy, *Rev. Sci. Instrum.*, 78(1) (2007), doi:10.1063/1.2841075
- ACL21. J. Bentama, A. El Ghzizal, JY. Ferrandis Ultrasonic waves for characterisation of clay membranes, *Desalination*, 206 (1-3) (2007), 1-8 presented at EuroMed 2006 - 5th Conference on Desalination Strategies in South Mediterranean Countries, Montpellier, France, 21-25 May 2006, doi: 10.1016/j.desal.2006.04.047
- ACL22. JR. Reboul, C. Guasch, JY. Ferrandis, J. Bonnet, Stepped horn actuated Kelvin probe, *Rev. Sci. Instrum.* 79 (2) (2008) doi: 10.1063/1.2841075
- ACL23. J. Gasparoux, D. Laux, JY Ferrandis, J. Attal, Ph Tordjeman, Large frequency bands viscoelastic properties of honey, *J. Non-Newtonian Fluid Mech.*, 153(1), (2008), 46-52, doi: 10.1016/j.jnnfm.2007.11.007
- ACL24. E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis, G. Lévèque, D. Baron, Ultrasonic measurement of gas pressure and composition for nuclear fuel rods, *Nuclear Instrument A*, 603(3), (2009) 504-509, doi: 10.1016/j.nima.2009.02.028
- ACL25. D. Laux, H. Blasco, JY. Ferrandis, G. Hugon, G. Despaux, A. Leydier, D. Mornet, In vitro mouse model in Duchenne muscular dystrophy diagnosis using 50-MHz ultrasound waves, *Ultrasonics*, 50(8) (2010), 741-743, doi:10.1016/j.ultras.2010.04.003
- ACL26. D. Fourmentel, JF. Villard, JY. Ferrandis, F. Augereau, E. Rosenkrantz, M. Dierckx, Acoustic sensor for in-pile fuel rod fission gas release measurements, *IEEE Transactions on Nuclear Science*, 58 (1) (2011) 151-155, doi: 10.1109/TNS.2010.2090899
- ACL27. C. Andre, D. Laux, JY. Ferrandis, H. Blasco, Real- time analysis of the growth of granular media by an ultrasonic method : Application to the sedimentation of glass balls in water, *Powder Technology*, 208(2) (2011) 301-307, presented at Symposium on Science and Technology of Powders and Sintered Materials (STPMF 2009), Montpellier, France, May 25-27, 2009, doi: 10.1016/j.powtec.2010.08.020

ACL28. P. Louergue, C. André, D. Laux, JY. Ferrandis, C. Guigui, C. Cabassud, In-situ characterization of fouling layers: which tool for which measurement ?, Desalination and water treatment. 34(1-3) (2011), 156-162 presented at the 6th Conference of the Aseanian-Membrane-Society (AMS)/7th International Membrane Science and Technology Conference (IMSTEC), Sydney, Australia, Nov. 22-26, 2010, doi: 10.5004/dwt.2011.2898

ACL29. E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis, F. Augereau, T. Lambert, D. Fourmentel, and X. Tiratay, An Innovative Acoustic Sensor for In-Pile Fission Gas Composition Measurements, IEEE Transactions on Nuclear Science, 60(2), 1346 – 1353, 2013, doi : 10.1109/TNS.2013.2252624

ACL30. D.Laux, M.Valente, J-Y.Ferrandis, N.Talha, O.Gibert, A. Prades, Shear viscosity investigation on mango juice with high frequency longitudinal ultrasonic waves and rotational viscosimetry. Food biophysics, 2013, doi :10.1007/s11483-013-9291-6

ACL31. JY. Ferrandis, E. Rosenkrantz, G. Lévêque, D. Baron, JC. Segura, G. Cecilia, O. Provitina, Full-scale Hot Cell Test of an Acoustic Sensor Dedicated to Measurement of the Internal Gas Pressure and Composition of a LWR Nuclear Fuel Rod, , IEEE Transactions on Nuclear Science, 60(4), 2894-2897, 2013, doi : 10.1109/TNS.2013.2264111

ACL32. D. Laux, O. Gibert, JY. Ferrandis, M. Valente, A. Prades, Ultrasonic evaluation of coconut water shear viscosity, Journal of Food Engineering 126, 62–64, 2014, doi : 10.1016/j.jfoodeng.2013.11.007

<b>Journal</b>	<b>ISSN</b>	<b>Impact Factor (2012)</b>	<b>Nombre de publication (ACL)</b>
REV SCI INSTRUM	0034-6748	1,602	3
SENSOR ACTUAT A-PHYS	0924-4247	1,841	2
SENSOR ACTUAT B-CHEM	00925-4005	3,535	4
EUR PHYS J-APPL PHYS	1286-0042	0,710	2
ULTRASONICS	0041-624X	2,028	3
IEEE T NUCL SCI	0018-9499	1,220	3
NUCL INSTRM METH A	0168-9002	1,142	1
POST HARVEST BIOL TEC	0925-5214	2,454	1
CEMENT CONCRETE RES	0008-8846	3,112	1
MAT SCI ENGI C	0928-4931	2,404	1
APPL CLAY SCI	0169-1317	2,342	1
DESALINATION	0011-9164	3,041	2
POWDER TECHNOLOGY	0032-5910	2,024	1
J NON-NEWTON FLUID	0377-0257	1,567	2
DESAL. WATER TREATMENT	0032-5910	0,852	1
REV METALL-PARIS	0035-1563	0,07	2
FOOD BIOPHYSICS	1557-1858	1,642	1
J. FOOD ENGINEERING	0260-8774	2,276	1

**OS** : Ouvrages scientifiques (ou chapitres de ces ouvrages).

OS1. JY. Ferrandis, G. Lévêque, J. Attal, Recent advances in near field acoustics with resonating horns: Near-field acoustics with resonating horns, Acoustical Imaging, Vol. 27 (2004) 735-740 ISBN 978-1-4020-2401-6 Ed. Springer Verlag (2004) presented at 27th International Symposium on Acoustical Imaging, Saarbrucken Germany, March 24-27 2003,

OS2. D.Laux, J.Y.Ferrandis, V.Cereser Camara, H.Blasco, M.Valente. High Frequency Ultrasonic Techniques Dedicated to Food Physical Properties Assessment. New Topics in Food Engineering, (2011) 99-120 ISBN: 978-1-61209-599-8. Ed. Comeau, Nova Science Pub

**BRE** : Brevet

BRE1. JY. Ferrandis, E. Rosenkrantz, G. G. Lévêque, D. Laux, D. Baron, EDF / CNRS / Université Montpellier 2, Brevet d'invention français n° 0752922 déposé le 26 janvier 2007, Capteur acoustique de mesure de pression et/ou de la masse molaire d'un gaz dans une enceinte cylindrique et procédé de mesure correspondant / demande d'extension internationale PCT n° EP2008/050854 du 28 janvier 2008, Method for measuring the pressure and/or molar mass of a gas in a housing, and corresponding measurement assembly, n° publication : FR2911961 A1 & WO2008095793 A1 (01-08-2008)

BRE2. JY. Ferrandis, E. Rosenkrantz, G. Lévêque, F. Augereau, JF. Villard, D. Fourmentel, CEA / CNRS / Université Montpellier 2, Brevet d'invention Français n° 0855096 déposé le 24 juillet 2008, Capteur acoustique pour la mesure d'un gaz dans une enceinte, et ensemble comportant une enceinte et un tel capteur. n° publication : FR2934409 A1 (20-01-2010)

**ACLN** : Articles dans des revues avec comité de lecture non répertoriées dans des bases de données internationales.

ACLN1. H. Blasco, G. Despaux, JY. Ferrandis, Capteur acoustique résonant pour estimer les propriétés d'élasticité du tissu musculaire, REE Revue de l'Electricité et de l'Electronique n°9 (2010), 70-73.

**ASCL** : Articles dans des revues sans comité de lecture.

ASCL1. E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis, G. Lévêque, D. Baron, Caractérisation d'un gaz confiné à l'aide d'un capteur acoustique : applications aux crayons combustibles nucléaires, Techniques de l'Ingénieur, IN113, Janvier 2010. (Article invité)

**ACTI** : Communications avec actes dans un congrès international

ACTI1. JY. Ferrandis, J.Van Est, G. Lévêque, B. Cros, J. Attal, Development of a near field acoustic sensor, SXM3, 3rd Conference on Development and Technological Application of Scanning Probe Methods, September 14-17, 1998, Bassel (Switzerland).

ACTI2. JY. Ferrandis, B. Cros, J. Attal, A near field acoustic sensor for rheological measurements in both liquids and solids : application to the cement setting, EUROMAT 99, International congress on Advanced Materials and Processes, September 27-30, 1999, Munchen (Germany).

ACTI3. JY. Ferrandis, G. Leveque, J. Attal, Recent advances in near-field acoustics with resonating horn, AI 27, 27th International Symposium on Acoustical Imaging, March 24-27, 2003, Saarbruecken (Germany).

ACTI4. JY. Ferrandis, F. Augereau, J. Attal, Pressure and Composition of Gas Mixtures in Fuel Rods for Pressurised Water Reactors by an Ultrasonic Sensor, WCU 2003, World Congress on Ultrasonics 2003, September 7-10, 2003, Paris (France).

ACTI5. JY. Ferrandis, G. Lévêque, J. Attal, Ultrasonic Resonating Sensor and Near-field Interaction : from Rheology to Microscopy, WCU 2003, World Congress on Ultrasonics 2003, September 7-10, 2003, Paris (France).

- ACTI6. JY. Ferrandis, G. Lévêque, F. Augereau, E. Rosenkrantz, D. Baron, JF. Villard, P. Chantoin, An ultrasonic sensor for pressure and fission-gas release measurements in rods for pressurised water reactors, 9th international conference on CANDU fuel, September 18-21, 2005, Belleville Ontario (Canada).
- ACTI7. JY .Ferrandis, G. Lévêque, E. Rosenkrantz, F. Augereau, D. Baron, JF. Villard, P. Chantoin, A non destructive ultrasonic method for determination of internal pressure and gas composition in a LWR fuel rod, on-going and future program, WWER Fuel performance, modelling and experimental support, 6th international conference, September 18-23, 2005, Albena (Bulgaria).
- ACTI8. J. Bentama, A. El Ghzizal, JY. Ferrandis, Ultrasonic waves for characterisation of clay membranes, EuroMed 2006 - 5th Conference on Desalination Strategies in South Mediterranean Countries, May 21–25, 2006, Montpellier (France).
- ACTI9. D. Laux, A. Leydier, JY. Ferrandis, J. Mathieu, K. Hnia, D. Chazalotte, G. Hugon, G. Despau and D. Mornet. Bio acoustical and bio mechanical methods for mechanical study of soft tissues, 15th world congress of biomechanics. July 29 – August 4, 2006, Munchen (Germany).
- ACTI10 J. Mendret, C. Guigui, C. Cabassud, N. Doubrovine, P. Schmitz, P. Duru, JY. Ferrandis, D. Laux, Development and comparison of optical and acoustic methods for in situ characterisation of particle fouling, Euromembrane2006, - Conference of the European-Membrane-Society September 24-28, 2006, Giardini Naxos (Italy).
- ACTI11 E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis, J. Mathieu, G. Lévêque, D. Baron, Transmission of radial waves through a helical spring, 19th International Congress on Acoustics ICA, September 2-7, 2007, Madrid, (Spain).
- ACTI12. A Leydier, K.Hnia, D. Laux, G. Hugon, J. Mathieu, JY. Ferrandis, G. Despau, D. Mornet, A new high frequency ultrasonic indentation method dedicated to the elastic properties assessment: diagnostic of muscular dystrophies, 19th International Congress on Acoustics ICA, September 2-7, 2007, Madrid, (Spain).
- ACTI13. T. Delaunay, D. Laux, JY. Ferrandis, Elastic constants identification of anisotropic composite rectangular parallelepipeds, Acoustic 2008, June 28 – July 4, 2008, Paris (France).
- ACTI14. D. Laux, H. Blasco, JY. Ferrandis, J. Mendret, C. Guigui, C. Cabassud, P. Schmitz, Particle deposit formation during filtration characterisation using ultrasonic waves, Acoustic 2008, June 28 – July 4, 2008, Paris (France)
- ACTI15. E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis, G. Lévêque, Signal processing of impedance spectrum for speed of sound and pressure measurement in plane or radial resonators, Acoustic 2008, June 28 – July 4, 2008, Paris (France).
- ACTI16. F. Augereau, JY. Ferrandis, J.-F. Villard, D. Fourmentel, M. Dierckx, J. Wagemans, Effect of intense neutron dose radiation on piezoceramics, Acoustic 2008, June 28 – July 4, 2008, Paris (France).
- ACTI17. F. Augereau, JY. Ferrandis, J.-F. Villard, D. Fourmentel, M. Dierckx, J. Wagemans Piezoceramic reliability for ultrasonic transducers in nuclear environments, 5th European Workshop on Piezoelectric Materials, July 16-18, 2008, Montpellier (France).
- ACTI18. C.André, D.Laux, JY.Ferrandis, H.Blasco, Analyse en temps réel de la croissance de milieux granulaires par une méthode ultrasonore : application à la sédimentation de billes de verre dans l'eau / Real time analysis of the growth of granular media by an ultrasound method: application to the sedimentation of glass balls in water, STPMF 2009, Sciences et Technologies des Poudres et Matériaux Frittés, May 27-29, 2009 Montpellier (France).

ACTI19. E. Rosenkrantz, J.Y. Ferrandis, G. Lévêque, D. Baron, P. Thevenin. Ultrasonic method for nuclear fuel rods pressure and gas composition released measurement, ANIMMA 2009, Advancements in Nuclear Instrumentation, Measurement Methods and their Applications, June 7-10, 2009, Marseille (France).

ACTI20. H. Blasco, JY. Ferrandis, G. Lévêque, G. Hugon, D. Mornet, Resonant acoustic sensor for estimating elastic properties of muscular tissues, Medical Physics and Biomedical Engineering World Congress, September 7-12, 2009, Munich (Germany).

ACTI21. E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis, G. Lévêque, D. Baron, Ultrasonic Measurement of Nuclear Released Gas Pressure and Composition by Ultrasonic Method, 8th International Conference on NDE in Relation to Structural Integrity for Nuclear and Pressurised Components, September 29 – October 1, 2010, Berlin (Germany).

ACTI22. F. Augereau, D. Laux, E. Rosenkrantz, G. Despau, JY. Ferrandis, D. Baron, D. Fourmentel, M. Dierck, Physical properties measurement of fuel rod elements in radiative environment with acoustic probes, Numat2010 - The nuclear matériel conférence, October 4-7, 2010, Karlsruhe (Germany).

ACTI23. P. Loulergue, C. Guigui, C. Cabassud, C. André, D. Laux, JY. Ferrandis In-situ characterization of fouling layers : which tool for which measurement ? , IMSTEC10, The 7th International Membrane Science and Technology Conférence, November 22-26, 2010, Sydney (Australia).

ACTI24. E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis, F. Augereau, T. Lambert, D. Fourmentel, X.Tiratay, An innovative acoustic sensor for first in-pile fission gas release determination – REMORA 3 experiment,, ANIMMA 2011, the 2d International Conférence on Advancements in Nuclear Instrumentation, Measurement Methods and their Applications, June 6-9, 2011, Ghent (Belgium).

ACTI25. JY. Ferrandis, E. Rosenkrantz, G. Lévêque, D. Baron, J.C. Segura, G. Cécilia, O.Provitina, Full-scale hot cell test of an acoustic sensor dedicated to measurement of the internal gas pressure and composition of a LWR nuclear fuel rod, ANIMMA 2011, the 2d International Conférence on Advancements in Nuclear Instrumentation, Measurement Methods and their Applications, June 6-9, 2011, Ghent (Belgium).

ACTI26. T. Lambert, E. Muller, E. Federici, E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis, X. Tiratay, V. Silva, D. Machard, G. Trillon, REMORA 3 : the first instrumented fuel experiment with on-line gas composition measurement by acoustic sensor, ANIMMA 2011, The 2d International Conférence on Advancements in Nuclear Instrumentation, Measurement Methods and their Applications, June 6-9, 2011, Ghent (Belgium).

ACTI27. F. Augereau, D. Laux, G. Despau, E. Rosenkrantz, G. Lévêque, JY. Ferrandis, IES skills for ultrasonic innovative instrumentation in hot labs, HOTLAB 2012, The 49th Conference on Hot Laboratories and Remote Handling, September 24-26, 2012, Marcoule (France).

ACTI28. D. Laux, JY. Ferrandis, M. Valente, A. Prades. Advanced Rheo Acoustic techniques for food structure investigation, 2012 EFFoST Annual Meeting, November 20-23, 2012, Montpellier (France).

ACTI29 JY. Ferrandis, G. Lévêque, E. Rosenkrantz, JC. Segura, R. Blachier, G. Thouvenin, M. Martino, Improvement of an acoustic sensor dedicated to the internal gas characterization of a LWR Nuclear fuel rod in a hot laboratory facility, 10th International Conference on NDE in Relation to Structural Integrity for Nuclear and Pressurised Components, October 1 – October 3, 2013, Cannes (France).

**ACTN** : Communications avec actes dans un congrès national.

ACTN1. JY. Ferrandis, B. Cros, J. Van Est, J. Attal, Etude de la mise en oeuvre des polymères par champ proche acoustique, Journées d'Automne de la Société Française de Métallurgie et des Matériaux, SF2M, 25-27 Novembre 1997, Paris (France).

ACTN2. JY. Ferrandis, J. Van Est, B. Cros, G. Leveque, J. Attal, H. Nounah, Caractérisation rhéologique de milieux viscoélastiques par une méthode de champ proche acoustique, Colloque annuel du Cercle Français des Microscopies à Champ Proche, 01-03 Juillet 1998, Strasbourg-Illkich, (France).

ACTN3. B. Cros, JY. Ferrandis, J. Van Est, G. Leveque, J. Attal, Procédé de caractérisation des propriétés rhéologiques des milieux viscoélastiques par champ proche acoustique, C2I 1998, Colloque Interdisciplinaire en Instrumentation, 18-19 Novembre 1998, Ecole Normale Supérieure, Paris (France).

ACTN4. JY. Ferrandis, B. Cros, J. Attal Etude de la prise de liants hydrauliques par une technique de champ proche acoustique, Journées d'Automne de la Société Française de Métallurgie et des Matériaux, SF2M, 2-5 Novembre 1999, Paris (France).

ACTN5. B. Cros, M. Rguiti, JY. Ferrandis, E. Brouard, Contrôle de la rhéologie des mortiers par champ proche acoustique, C2I 2001, Colloque Interdisciplinaire en Instrumentation, 31 Janvier-1 Février 2001, Conservatoire National des Arts et Métiers, Paris (France).

ACTN6. J. Attal, B. Cretin, JY. Ferrandis, P. Vairac, Near-field and evanescent waves in acoustics, ICONIC 2003, 18-20 juin 2003, Rouen (France).

ACTN7. A. Leydier, L. Hnia, D. Chazalatte, JY. Ferrandis, G. Hugon, G. Despaux, D. Mornet, Micro acoustic and micro mechanical technology to compare membrane elasticity in normal and dystrophin deficient muscles, Congrès de physiologie, de pharmacologie et thérapeutique P2T, 10-12 Avril 2006, Montpellier, (France).

ACTN8. A. Leydier, J. Mathieu, D. Laux, JY. Ferrandis, G. Despaux. Caractérisation par microacoustique haute fréquence de tissus biologiques par mesures relatives de phase, 8ième congrès Français d'Acoustique. 24 - 27 Avril 2006, Tours (France).

ACTN9. D. Laux, JY. Ferrandis, G. Lévêque, JM. Gatt, Propriétés élastiques d'un composite anisotrope. Analyse par microscopie acoustique et spectroscopie ultrasonore résonante. 8ième congrès Français d'Acoustique. 24 - 27 Avril 2006, Tours (France).

ACTN10. A. Leydier, K. Hnia, D. Laux, D. Chazalatte, JY. Ferrandis, G. Hugon, G. Despaux, D. Mornet, A specific micro-acoustical and mechanical method applied to identify defects in muscle elasticity related to various dystrophies. Congrès de physiologie, de pharmacologie et thérapeutique P2T, 11-13 Avril 2007, Toulouse (France).

ACTN11. C. André, D. Laux, JY. Ferrandis, H. Blasco. Analyse en temps réel de la croissance de milieux granulaires par une méthode ultrasonore : application à la sédimentation de billes de verre dans l'eau. STPMF (Science et Technologie des poudres et matériaux frittés) , 27-29 Mai 2009, Montpellier, (France).

ACTN12. P. Loulergue, C. André, D. Laux, JY. Ferrandis, C. Guigui, C. Cabassud. Caractérisation in-situ et non intrusive du colmatage particulaire : deux méthodes complémentaires pour déterminer l'épaisseur, la cinétique de croissance et la compacité des dépôts. Congrès SFGP, 29 Nov-1 Décembre 2010, Lille (France).

ACTN13. H. Blasco, JY. Ferrandis, G. Leveque, G. Despaux, Capteur acoustique résonant pour estimer la dureté des tissus musculaires, 5ème Colloque Interdisciplinaire en Instrumentation C2I 2010, École Nationale Supérieure d'Ingénieurs du Mans 26-27 Janvier 2010, Le Mans (France).

**COM** : Communications orales sans actes dans un congrès international ou national.

COM1. B. Cros, JY. Ferrandis, H. Nounah, J. Van Est, G. Leveque, J. Attal, Control of the rheological properties of liquids and gels by acoustic near-field, Alimed'98, European Technology Meetings, June 25-26, 1998, Avignon (France).

- COM2. JY. Ferrandis, B. Cros, Caractérisation de propriétés viscoélastiques par capteur acoustique résonant, IVème Rencontre Transfrontalière Capteurs et Biocapteurs, 16-17 Septembre 1999, Montpellier (France).
- COM3. G. Despau, F. Augereau, JY. Ferrandis, D. Baron, Caractérisation des propriétés mécaniques des matériaux de l'industrie nucléaire par microscopie acoustique, Matériaux 2002, 1er colloque Interdisciplinaires sur les Matériaux en France, 21-25 Octobre 2002, Tours (France).
- COM4. JY. Ferrandis, P. Schmitz, Caractérisation de l'adhésion de microorganisme sur plaque métallique et membrane : comparaison entre méthodes acoustique et optique, 9ème Colloque PROSETIA, 22-23 Mars 2004, INSA de Toulouse, Toulouse (France).
- COM5. JY. Ferrandis, F. Augereau, Utilisation de capteurs acoustiques en milieux nucléaires : résultats des premiers essais et perspectives, Forum d'instrumentation nucléaire, 30 Septembre 2004, CEA Saclay, Gif sur Yvette (France).
- COM6. J. Mendret, JY Ferrandis, D. Laux, P. Duru, N. Dubrovine, P. Schmitz, C. Guigui, P. Cabassud (2005), Développement de méthodes de caractérisation in situ de l'encrassement d'une surface, 10ème colloque PROSETIA, 14-15 Mars 2005, Villeneuve d'Ascq (France).
- COM7. J. Attal, JY. Ferrandis, D. Laux, Apport des techniques acoustiques à l'étude du suivi des membranes en cours de fonctionnement, Colloque Club Français des Membranes, 16 Mars 2005, ENSAM, Paris (France).
- COM8. J. Simonnet, G. Lévêque, JY. Ferrandis, , Principe d'un microscope acoustique à champ proche pour l'étude des propriétés élastiques de matériaux, IXèmes Journées d'Acoustique Physique, Sous-marine et Ultrasonore, 6 – 8 Avril 2005, Aix-en-provence (France).
- COM9. E. Rosenkrantz, G. Lévêque, JY. Ferrandis, D. Baron, Etude des vibrations radiales d'un tube rempli de gaz sous pression, IXèmes Journées d'Acoustique Physique, Sous-marine et Ultrasonore, 6 – 8 Avril 2005, Aix-en-provence (France).
- COM10. J. Gasparoux, D. Laux, JY. Ferrandis, P. Tordjeman, Etude des propriétés viscoélastiques de gels polymères à hautes fréquences, IXèmes Journées d'Acoustique Physique, Sous-marine et Ultrasonore, 6 – 8 Avril 2005, Aix-en-provence (France).
- COM11. JY Ferrandis, D. Laux, P. Schmitz, P. Duru, J. Mendret, C. Guigui, P. Cabassud, Développement d'outils de caractérisation in situ de l'encrassement de surfaces, 11ème colloque PROSETIA, Colloque d'évaluation, 13-14 Mars 2006 Paris (France).
- COM12. F. Augereau, JY. Ferrandis, J. Wagemans, M. Dierkx, JF. Villard , Résultats des tests d'éléments piézo-électriques sous flux neutronique en vue d'une utilisation en tant que capteur acoustique en milieu nucléaire , Forum d'instrumentation nucléaire, 20 Octobre 2006, CEA Saclay, Gif sur Yvette (France).
- COM13. A. Leydier, E. Rosenkrantz, J. Mathieu, D. Laux, G. Despau, D. Mornet, JY. Ferrandis, G. Lévêque, Capteurs ultrasonores en contact : applications au biomédical et au CND. Xèmes Journées d'Acoustique Physique, Sous-marine et Ultrasonore, 6 – 8 Mai 2007, Aix-en-provence (France).
- COM14. T. Lambert, E. Muller, E. Federici, E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis, X. Tiratay, V. Silva, R. Blachier, G. Trillon, REMORA 3: the first instrumented fuel experiment with on-line gas composition measurement by acoustic sensor, EHPG 2011, Enlarged Halden Programme Group Meeting, 3 - 6 October 2011, Sandefjord (Norway).
- COM15. F. Very, P. Combette, A. Giani, E. Rosenkrantz, D. Fourmentel, JY. Ferrandis, Capteur piézo-électrique sérigraphié pour des applications acoustiques, JAPSUS 2013 - XIIIèmes Journée Scientifique du GAPSUS - 12-14 Juin, 2013 Montpellier (France).

**AFF** : Communications par affiche dans un congrès international ou national.

AFF1. B. Cros, JY. Ferrandis, G. Despaux, Characterisation of the chemical bond in novel materials by the study of the acoustic signature, 8th International Meeting on Chemical Sensors (IMCS-8), July 2-5, 2000, Basel (Switzerland).

AFF2. B. Cros, M. Pauthe, M. Rguiti, JY. Ferrandis, On-line characterisation of silica gels by acoustic near-field, 115-123, 8th International Meeting on Chemical Sensors (IMCS-8), July 2-5, 2000, Basel (Switzerland).

AFF3. E. Caplain, G. Despaux, JY. Ferrandis, Suivi de propriétés visco-élastiques par capteur résonant en champ proche acoustique, Journée d'Etudes et de Diffusion Technologique, Instrumentation et Traitement du Signal et des Images dans les procédés agroalimentaires et biotechnologiques, 3-4 Juillet 2002, Nantes (France).

AFF4. JY. Ferrandis, S. Tingry, J. Attal, P. Seta, Capteurs acoustiques pour l'étude d'interface liquide – solide et de leur réactivité chimique, ACI « Surfaces, Interfaces et Conception de nouveaux matériaux », Colloque d'évaluation, 27-28 Octobre 2003, Ministère de la Recherche, Paris (France).

AFF5. R. Arinero, JY. Ferrandis, J. Simonet, G. Lévêque, AFM en mode contact vibrant et champ proche acoustique : sondes locales résonantes pour une caractérisation multiéchelle des propriétés mécaniques des matériaux, Forum des Microscopies à Sonde Locale 2004, 23-26 mars 2004, Ax les thermes – Bonascre (France).

AFF6. JR. Reboul, C. Guasch, JY. Ferrandis, J. Bonnet, Utilisation d'une sonde acoustique résonante pour la cartographie des potentiels de surface à l'échelle mésoscopique, Forum des Microscopies à Sonde Locale 2004, 23-26 mars 2004, Ax les thermes – Bonascre (France).

AFF7. F. Augereau, JY. Ferrandis, F. Algaber, JF. Villard, PZT materials under Gamma irradiation, 4th European Workshop on Piezoelectric Materials, July 21-23, 2004, Montpellier (France).

AFF8. JY. Ferrandis, F. Augereau, G. Lévêque, JF. Villard, D. Baron, Internal pressure and gaseous composition assessment, 46th NFIR Meeting, November 1-4, 2004, Montpellier (France).

AFF9. JY. Ferrandis, S. Tingry, J. Attal, P. Seta, Acoustic sensors for the control of liquid-solid interface evolution and chemical reactivity, MADICA 2004 Conference, Fourth Maghreb-Europe Meeting on Materials and their Applications for Devices and Physical, Chemical and Biological Sensors, 29 November- 1 December 2004, Tunis-Ghammart (Tunisia).

AFF10. D. Laux, JY Ferrandis, J. Mendret, P. Schmitz, Méthodes acoustiques pour un suivi in situ de l'épaisseur d'une couche de particules déposées, 11ème colloque PROSETIA, 13-14 Mars 2006. Paris (France).

AFF11. J. Mathieu, E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis, F. Augereau. Non-contact and non destructive gas pressure measurement gas enclosed in a cylindrical tube, by ultrasonic backscattering International Congress on Ultrasonics ICU, April 9-12, 2007, Vienna (Austria).

AFF12. A. Leydier, D. Laux, JY. Ferrandis, G. Despaux, Specific acoustical and mechanical method applied to soft tissues characterization, International Congress on Ultrasonics ICU, April 9-12, 2007, Vienna (Austria).

AFF13. E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis, G. Lévêque, D. Baron, P. Thevenin, Non destructive inner pressure measurement for industrial irradiated nuclear fuel rods using focused acoustic sensors, 2008 Water Reactor Fuel Performance Meeting, October 19 - 23, 2008, Seoul (Korea).

AFF14. D. Fourmentel, JF. Villard, JY Ferrandis, F. Augereau, M. Dierckx, Acoustic sensor for in-pile fuel rod fission gas release measurements, ANIMMA 2009, Advancements in Nuclear Instrumentation, Measurement Methods and their Applications, June 7-10, 2009, Marseille (France).

AFF15. F. Augereau, JY Ferrandis, D. Fourmentel, JF. Villard, M. Dierckx, J. Wagemans, Effect of nuclear radiation on piezoceramic elements, ANIMMA 2009, Advancements in Nuclear Instrumentation, Measurement Methods and their Applications, June 7-10, 2009, Marseille (France).

AFF16. D. Laux, V. Cereser-Camara, E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis, Ultrasonic Sensing of Honey Quality, Correlation to Differential Scanning Calorimetry experiments, 6th International CIGR technical Symposium, April 18-20, 2011, Nantes (France).

AFF17. T. Lambert, E. Rosenkrantz, J.Y. Ferrandis, I. Zacharie-Aubrun, K. Hanifi, J. Lamontagne, C. Valot, X. Tiratay, Irradiation Behavior and Post-Irradiation Examinations of an Acoustic Sensor Using a Piezoelectric Transducer, ANIMMA 2013, Advancements in Nuclear Instrumentation, Measurement Methods and their Applications, June 24-28, 2013, Marseille (France).

ACTI18. D. Laux, JY. Ferrandis, F. Faure, Ultrasonic Study of blood evaporation, 1st International Workshop on wetting and evaporation : droplets of pure and complex fluids, June 17-20, 2013, Marseille (France).

AFF19. F. Very, P. Combette, D. Coudouel, A. Giani, E. Rosenkrantz, D. Fourmentel, JY. Ferrandis, Piezoelectric thick film sensors : fabrication and characterization, 2013 Joint IEEE J Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control Symposium, July 21-25, 2013, Prague (Czech Republic).

#### **SEM** : Séminaires invités

SEM1. JY. Ferrandis, E. Rosenkrantz, G. Lévêque, Acoustic sensors dedicated to caracterisation of fision gas release, Institut for Energy Technology IFE meeting, June 30, 2011, Halden (Norway).

SEM2. JY. Ferrandis, E. Rosenkrantz, G. Lévêque, D. Baron, JC. Segura, G. Cécilia, O.Provitina, M. Bauer, Full-scale hot cell test of an acoustic sensor dedicated to measurement of the internal gas pressure and composition of a LWR nuclear fuel rod. Workshop on EDF R&D collaborative activities, State of the art, innovations and perspectives on five selected topics, October 17, 2011, Cadarache (France).

#### **RAP** : Rapport Scientifique ou Technique

RAP1. E. Bouard, B. Cros, JY. Ferrandis, Evaluation des potentialités d'une sonotrode pour l'industrie cimentière. Rapport d'étude, convention n°751612/00, Aout 2000, 19p.

RAP2. JY. Ferrandis, Mesure de pression par microacoustique. Rapport de fin de contrat, convention n° 751606/00, Février 2002, 16p.

RAP3. G. Lévêque, JY. Ferrandis, Etude de la réponse acoustique au choc d'une série de verres à pied. Rapport final, convention n° 752294/00, Juillet 2002, 43p.

RAP4. C. Esposito, JY. Ferrandis, Mesure de pression à l'aide de capteurs acoustiques résonants. Etude des modifications de résonance d'un tube, en fonction de la pression d'un gaz. Approche numérique, validation expérimentale, convention n° E56977-RNE 956, Novembre 2002, 46p.

RAP5. JY. Ferrandis, Caractérisation de la consistance de plâtre par une technique résonante. Rapport final, convention n°752296/00, Décembre 2003, 27p.

RAP6. JY. Ferrandis, F. Augereau, Mesure de pression par microacoustique, Rapport intermédiaire Année 1, convention n° 752374/00, Février 2004, 22p.

RAP7. JY. Ferrandis, F. Augereau, Mesure de pression par microacoustique, Rapport intermédiaire, Année 2, convention n° 752374/00, Avril 2005, 50p.

RAP8. G. Lévêque, JY. Ferrandis, E. Rosenkrantz, Mesure de la pression et la composition d'un gaz dans un tube fermé. Rapport intermédiaire 0, convention n°4300017795, Mai 2005, 4p.

- RAP9. F. Augereau, JY. Ferrandis, Mesure de pression par microacoustique. Rapport intermédiaire Année 3, Tenue en température, convention n° 752374/00, Juin 2005, 19p.
- RAP10. G. Lévêque, JY. Ferrandis, E. Rosenkrantz, Mesure de la pression et la composition d'un gaz dans un tube fermé. Rapport intermédiaire 1, convention n°4300017795, Mars 2006, 7p.
- RAP11. F. Augereau, JY. Ferrandis, Mesure de pression par microacoustique. Rapport intermédiaire Année 3, Pré-analyse Tenue aux irradiations, convention n° 752374/00, Juin 2006, 40p.
- RAP12. G. Lévêque, JY. Ferrandis, E. Rosenkrantz, Mesure de la pression et la composition d'un gaz dans un tube fermé. Rapport intermédiaire 2, convention n°4300017795, Septembre 2006, 6p.
- RAP13. JY. Ferrandis, F. Augereau, Mesure de pression par microacoustique. Rapport Final, Année 3, convention n° 752374/00, Novembre 2006, 70p.
- RAP14. JY. Ferrandis, G. Lévêque, Vérification de la faisabilité de la technique acoustique de mesure de pression et de composition de mélanges gazeux en "laboratoire chaud". Rapport intermédiaire 1, convention n° 015147, Juin 2008, 15p.
- RAP16. C. André, D. Laux, JY. Ferrandis, Projet ANR FiltrACOPPE. Rapport Scientifique mi-parcours, Septembre 2008, 24p.
- RAP17. C. André, D. Laux, JY. Ferrandis, Projet ANR FiltrACOPPE. Rapport d'activités mi-parcours, Septembre 2008, 3p.
- RAP18. JY. Ferrandis, G. Lévêque, Vérification de la faisabilité de la technique acoustique de mesure de pression et de composition de mélanges gazeux en "laboratoire chaud". Rapport final, convention n° 015147, Octobre 2008, 19p.
- RAP19. JY. Ferrandis, G. Lévêque, F. Augereau, Développement d'une mesure acoustique de relâchement des gaz de fission, Banc d'instrumentation échographique et spectroscopique. Rapport L3-B/L4-B, convention n° 4587, Octobre 2008, 5p.
- RAP20. A. Chan Yong, JY. Ferrandis, Approche rhéologique de liants bitumineux par une méthode acoustique. Rapport de stage, convention n°027281, Octobre 2008, 26p.
- RAP21. JY. Ferrandis, F. Augereau, Développement d'une mesure acoustique de relâchement des gaz de fission, Caractérisation d'éléments piézo-électriques à haute température. Rapport L1, convention n° 4587, Novembre 2008, 17p.
- RAP22. E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis, G. Lévêque, Développement d'une mesure acoustique de relâchement des gaz de fission, Calcul de la composition et des incertitudes associées avec un mélange contenant un gaz traceur. Rapport L4-A, convention n° 4587, Novembre 2008, 6p.
- RAP23. E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis, Développement d'une mesure acoustique de relâchement des gaz de fission, Optimisation du traitement du signal. Rapport L3-A, convention n° 4587, Décembre 2008, 14p.
- RAP24. JY. Ferrandis, Mesures acoustiques pour l'expérience REMORA3, Validation de la faisabilité des mesures avec la ligne REMORA3 et choix du câble terminal, NO-01, convention n° 031850, Décembre 2008, 4p.
- RAP25. E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis, Mesures acoustiques pour l'expérience REMORA 3, Rapport de fabrication des assemblages. RA-01, convention n° 031850, Décembre 2008, 4p.
- RAP26. E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis, Mesures acoustiques pour l'expérience REMORA 3, Calcul de la composition et des incertitudes associées avec un mélange contenant un gaz traceur. NO-02, convention n° 031850, Janvier 2009, 6p.

RAP27. E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis, Mesures acoustiques pour l'expérience REMORA 3, Rapport de Qualification post montage du capteur MUSICA 1 (Assemblage B). RA-02, convention n° 031850, Janvier 2009, 4p.

RAP28. E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis, Mesures acoustiques pour l'expérience REMORA 3, Rapport de qualification de l'assemblage X après nettoyage. RA-03, convention n° 031850, Janvier 2009, 2p

RAP29. E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis, Mesures acoustiques pour l'expérience REMORA 3, Rapport de Qualification post montage des capteurs MUSICA2 (assemb. P), Maquette Thermique 1 (assemb. M), REMORA3 (assemb. H). RA-04, convention n° 031850, Février 2009, 6p.

RAP30. E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis, Mesures acoustiques pour l'expérience REMORA 3, Rapport suivi de fabrication du capteur issu de l'assemblage X. RA-05, convention n° 031850, Mars 2009, 7p.

RAP31. E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis, Mesures acoustiques pour l'expérience REMORA 3, Etude de la réponse du capteur REMORA 3 (assemb. H) avec amortissement acoustique. RA-06, convention n° 031850, Mars 2009, 2p.

RAP32. JY. Ferrandis, E. Rosenkrantz, G. Lévêque, F. Augereau, Développement d'une mesure acoustique de relâchement des gaz de fission, Etude du couplage. Rapport L2-A, convention n° 4587, Mars 2009, 13p.

RAP33. JY. Ferrandis, E. Rosenkrantz, G. Lévêque, F. Augereau, Développement d'une mesure acoustique de relâchement des gaz de fission, Conception du système de mesure pour dispositif d'irradiation. Rapport L2-B, convention n° 4587, Mars 2009, 16p.

RAP34. JY. Ferrandis, E. Rosenkrantz, Développement d'une mesure acoustique de relâchement des gaz de fission, Validation "hors-flux" du fonctionnement des capteurs MUSICA. Rapport L2-C, convention n° 4587, Mars 2009, 13p.

RAP35. E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis, Mesures acoustiques pour l'expérience REMORA 3, Test des capteurs de type REMORA issus des assemblages X, H et L en conditions expérimentales REMORA. RA-07, convention n° 031850, Mars 2009, 6p.

RAP36. E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis, Mesures acoustiques pour l'expérience REMORA 3, Test des capteurs de type MUSICA issus des assemblages B, P et M en conditions expérimentales REMORA. RA-08, convention n° 031850, Mars 2009, 3p.

RAP37. E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis, Mesures acoustiques pour l'expérience REMORA 3, Test des capteurs T, I H et X et choix de leur affectation. RA-09, convention n° 031850, Avril 2009, 5p.

RAP38. E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis, Mesures acoustiques pour l'expérience REMORA 3, Test de fonctionnement des capteurs X et T pour la recette finale dans la société THERMOCOAX (test du 03 avril 2009). RA-10, convention n° 031850, Avril 2009, 2p.

RAP39. E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis, Mesures acoustiques pour l'expérience REMORA 3, Essais préalables de fonctionnement en configuration finale (à OSIRIS) des capteurs REMORA X et T. RA-11, convention n° 031850, Avril 2009, 4p.

RAP40. JY. Ferrandis, Mesures acoustiques sur éprouvettes Grizzly. Rapport de mesures, convention n°030655, Septembre 2009, 8p.

RAP41. JY. Ferrandis, G. Lévêque, E. Rosenkrantz, Etudes de Sensibilité et de validation de capteurs acoustiques industriels mis au point par le laboratoire. Rapport intermédiaire, convention n° CQN02455, Octobre 2009, 29p.

RAP42. E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis, Mesures acoustiques pour l'expérience REMORA 3, Test de bon fonctionnement des capteurs T et X à réception au CEA de Cadarache (essais du 1 et 2 Juillet 2009), RA-13, convention n° 031850, Octobre 2009, 2p.

RAP43. E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis, Mesures acoustiques pour l'expérience REMORA3, Test de bon fonctionnement du capteur T lors du queusotage du crayon REMORA. (essais du 21 Septembre 2009), RA-14, convention n° 031850, Octobre 2009, 2p

RAP44. E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis, Mesures acoustiques pour l'expérience REMORA3, Validation des mesures de composition à partir de trois gaz de référence, RA-12, convention n° 031850, Décembre 2009, 5p.

RAP45. E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis, Mesures acoustiques pour l'expérience REMORA3, Résultats des mesures acoustiques réalisées lors des essais sur la maquette thermique, RA-15, convention n° 031850, Décembre 2009, 13p.

RAP46. E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis, Mesures acoustiques pour l'expérience REMORA3, Test du capteur T après montage dans la porte échantillon, RA-16, convention n° 031850, Février 2010, 2p.

RAP47. E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis, Mesures acoustiques pour l'expérience REMORA3, Test du capteur T après montage dans le tube de force, RA-17, convention n° 031850, Mars 2010, 2p.

RAP48. JY. Ferrandis, E. Rosenkrantz, Mesures acoustiques pour l'expérience REMORA3, Test Contrôle Commande, RA-18, convention n° 031850, Mars 2010, 2p.

RAP49. JY. Ferrandis, G. Lévêque, E. Rosenkrantz, Etudes de Sensibilité et de validation de capteurs acoustiques industriels mis au point par le laboratoire, rapport final, convention n° CQN02455, Juillet 2010, 44p

RAP50. JY. Ferrandis, G. Lévêque, Vérification de la faisabilité de la technique acoustique de mesure de pression et de composition de mélanges gazeux en "laboratoire chaud", Rapport final, Avenant 1, convention n° 036114, Juillet 2010, 15p.

RAP51. JY. Ferrandis, F. Claverie, Caractérisation fréquentielle de la consistance de liants bitumineux par une technique acoustique résonante avec une sonde optimisée, Rapport final, convention n°040196, septembre 2010, 20p.

RAP52. C. André, D. Laux, JY. Ferrandis, P. Loulergue, B. Teychené, C. Guigui, C. Cabassud, Y. Lanterri, P. Fievet, Projet ANR FiltrACOPPE, Rapport Scientifique, Novembre 2010, 2p.

RAP53. C. André, D. Laux, JY. Ferrandis, Mise au point d'un dispositif expérimental permettant de déterminer les propriétés physiques de dépôts par une méthode acoustique, Projet ANR FiltrACOPPE, Delivrable du WP1, Novembre 2010, 9p.

RAP54. P. Loulergue, C. Guigui, C. Cabassud, C. André, D. Laux, JY. Ferrandis, Positionnement des méthodes optique (LISBP) et acoustique (IES), Projet ANR FiltrACOPPE, Delivrable du WP1, Novembre 2010, 35p.

RAP55. E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis, Mesures acoustiques pour l'expérience REMORA3, Mesure en conditions stables hors flux et à température ambiante avant perçage, RA-19, convention n° 031850, Décembre 2010, 3p.

RAP56. JY. Ferrandis, E. Rosenkrantz, Optimisation et extension des mesures acoustiques dans les réacteurs expérimentaux, Rapport intermédiaire à mi étude : proposition d'optimisation d'après le REX REMORA 3. Rapport L5-1, convention n° 034234, Mai 2011, 5p.

RAP57. G. Lévêque, E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis, Optimisation et extension des mesures acoustiques dans les réacteurs expérimentaux, Rapport d'étude de faisabilité sur mélanges à trois concentrations variables. Rapport L3-B, convention n° 034234, Mai 2011, 6p.

RAP58. JY. Ferrandis, G. Lévêque, E. Rosenkrantz, Optimisation de capteurs Industriels pour mesures sur tubes combustibles. Rapport intermédiaire, convention n° QN02765, Octobre 2011, 18p.

RAP59. JY. Ferrandis, E. Rosenkrantz Mesures acoustiques pour l'expérience REMORA 3 compléments, Test de fonctionnement des capteurs acoustiques de la maquette thermique (27 Septembre 2011 – Défi Systèmes Nîmes). RA-2Comp, convention n° 068343, Octobre 2011, 4p.

RAP60. JY. Ferrandis, G. Lévêque, Mesures acoustiques pour l'expérience REMORA3 compléments, Mesures Acoustiques avant perçage sur le crayon REMORA 3 (Mai 2011 – Cadarache). RA-1Comp, convention n° 068343, Novembre 2011, 10p.

RAP61. JY. Ferrandis, E. Rosenkrantz Mesures acoustiques pour l'expérience REMORA 3 compléments, Mesures Acoustiques sur la maquette thermique (18-20 Octobre 2011 – Saclay). RA-3Comp, convention n° 068343, Décembre 2011, 10p.

RAP62. E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis, Mesures acoustiques pour l'expérience REMORA3, Compte-rendu des mesures acoustiques du pré-cycle et du cycle de l'expérience REMORA 3. RA-20, convention n° 031850, Décembre 2011, 36p.

RAP63. JY. Ferrandis, E. Rosenkrantz, Optimisation et extension des mesures acoustiques dans les réacteurs expérimentaux, Caractérisation des modes de couplage. Rapport L1-indA, convention n° 034234, Décembre 2011, 28p.

RAP64. JY. Ferrandis, Optimisation et extension des mesures acoustiques dans les réacteurs expérimentaux, Calibration sur des mélanges à deux concentrations variables. Rapport L3-A, convention n° 034234, Décembre 2011, 7p.

RAP65. E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis, Mesures acoustiques pour l'expérience REMORA 3, Compte-rendu des mesures acoustiques du pré-cycle et du cycle de l'expérience REMORA 3 - Annexe1 - Equation du viriel des mélanges He-Xe-Kr-Ar. RA-20 Annexe1, convention n° 031850, Mars 2012, 6p.

RAP66. E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis, Mesures acoustiques pour l'expérience REMORA 3, Compte-rendu des mesures acoustiques du pré-cycle et du cycle de l'expérience REMORA 3 - Annexe 2 -  $X_{GF}$  pour chaque palier du cycle. RA-20 Annexe 2, convention n° 031850, Mai 2012, 2p.

RAP67. JY. Ferrandis, G. Lévêque, E. Rosenkrantz, Optimisation de capteurs industriels pour mesures sur tubes combustibles. Rapport final, convention n° CQN02765, Juin 2012, 29p.

RAP68. JY. Ferrandis, Caractérisation de câbles et de la connectique. Rapport L2, convention n° 034234, Décembre 2012, 11p.

RAP69. F. Augereau, JY. Ferrandis, E. Rosenkrantz, Optimisation et extension des mesures acoustiques dans les réacteurs expérimentaux, Calibration sur des mélanges à deux concentrations variables. Rapport L5, convention n° 034234, Décembre 2012, 48p.

RAP70. JY. Ferrandis, E. Rosenkrantz, Optimisation et extension des mesures acoustiques dans les réacteurs expérimentaux, Compte-rendu d'irradiation des capteurs acoustiques lors de l'expérience MUSICA. Rapport L4, convention n° 034234, Décembre 2013, 31p.

RAP71 F. Very, JY. Ferrandis, P. Combette, E. Rosenkrantz, Optimisation et extension des mesures acoustiques dans les réacteurs expérimentaux : Extension du domaine de fonctionnement, Compte-rendu d'irradiation des capteurs acoustiques lors de l'expérience MUSICA. Rapport L1-2, convention CNRS n° 0092026, Décembre 2013, 21p.

RAP72. G. Lévêque, JY. Ferrandis, Amélioration de la méthode acoustique pour des applications R&D industrielle. Rapport intermédiaire, convention UM2 n°130242 n°CQN03086, Décembre 2013, 20p.

## **ANNEXE 2 : Co-encadrement de thèses**

---

THES1. M. Rguiti, "Modélisation de capteurs en champ proche acoustique. Applications à la caractérisation des milieux viscoélastiques.", 19 Décembre 2002, Thèse de doctorat Université Montpellier II.

THES2. JR. Reboul, "Conception et réalisation d'une sonde Kelvin actionnée par une sonotrode : application à l'étude de l'ADN et de son hybridation", 06 Juillet 2006, Thèse de doctorat Université Montpellier II.

THES3. J. Simonnet, "Sonde acoustique à champ proche pour la mesure locale des propriétés élastiques des matériaux.", 07 Novembre 2006, Thèse de doctorat Université Montpellier II.

THES4. J. Gasparoux, "Etude rhéo-acoustique de gels polymères polydiméthylsiloxanes.", 02 Mai 2007, Thèse de doctorat Université Montpellier II.

THES5. E. Rosenkrantz, "Mesure de pression et de composition des gaz de fission dans les crayons combustibles des centrales à réacteur à eau pressurisée par méthode acoustique." 07 Décembre 2007, Thèse de doctorat Université Montpellier II.

THES6. V. Cereser Camara, "Piézorhéomètres pour la caractérisation large bande des propriétés viscoélastiques de matériaux au voisinage de la température ambiante.", 16 Juillet 2010, Thèse de doctorat Université Montpellier II.

THES7. H. Blasco, "Méthodes acoustiques pour caractériser les propriétés mécaniques des muscles : approche fondamentale sur le tissu musculaire de souris. Vers une application clinique pour la dystrophie musculaire de Duchenne.", 09 Décembre 2010, Thèse de doctorat Université Montpellier II.

THES8. F. Very, "Capteurs acoustiques sérigraphiés pour des applications Haute-Température", En cours depuis Oct. 2012



## **ANNEXE 3 : Encadrement de stages**

---

- ST1. E. Caplain, Traitement du signal appliqué au champ proche acoustique, DEA d'Electronique : Composants et Systèmes, Février-Juin 1999, G. Despaux, JY. Ferrandis
- ST2. F. Algaber, Modélisation d'un résonateur à quartz et mise au point d'une méthode de détermination des composants du circuit équivalent, DEA d'Electronique : Composants et Systèmes, Février-Juin 2000, J. Attal, JY. Ferrandis
- ST3. T. Moufakir, Etude et Modélisation d'une sonotrode en champ proche acoustique, DEA d'Electronique : Composants et Systèmes, Février-Juin 2000, J. Attal, JY. Ferrandis
- ST4. A. Mansouri, Modélisation, réalisation et test d'une sonotrode avec un disque en bout de pointe, Action Intégrée Franco-Marocaine AI n° 194F/SI/99, Septembre – Novembre 2001, J. Attal, JY. Ferrandis
- ST5. V. Larcher, Etude de la prise de ciment, IUT Mesures Physiques, Avril-Juin 1999 G. Lévêque, JY. Ferrandis
- ST6. A. Dagallier, Evaluation de la fermeté de la mangue à l'aide d'une technique acoustique en champ proche et comparaison avec les méthodes classiques de mesures de texture de fruits, IUT Mesures Physiques, Avril-Juin 2001, JY. Ferrandis
- ST7. X. Ravel, Etude de la résonance acoustique au choc de verres a pied, IUT Mesures Physiques, avril-juin 2002, JY. Ferrandis, G. Lévêque
- ST8. D. Sotiropoulos, Etude acoustique de la résonance de verres en cristal, Maîtrise de Physique, Février-Juin 2002, JY. Ferrandis, G. Lévêque
- ST9. S. Esposito, Mesure de pression à l'aide de capteurs acoustiques résonants, DESS Recherche et Développement de Produit Industriel, Février-Septembre 2002, JY. Ferrandis
- ST10. A. Laigle, Etalonnage d'une sonde acoustique en champ proche pour la mesure de propriétés viscoélastiques de matériaux à l'échelle millimétrique, DEA d'Electronique : Composants et Systèmes, Février-Juin 2002, JY. Ferrandis, G. Lévêque
- ST11. S. Berail, F. Fleys, Acoustique musicale et physique des matériaux, TER, Maîtrise Sciences Physiques, Mai 2003, G. Cohen-Solal, JY. Ferrandis
- ST12. H. Razakatandra, Microscopie acoustique en champ proche : optimisation du couplage sonde objet pour la mesure de propriétés élastiques de surface, DEA d'Electronique : Composants et Systèmes, Février-Juin 2003, JY. Ferrandis, G. Lévêque
- ST13. O. Valet, Etude relative à l'application d'une sonotrode spécifique pour contrôler la mise en œuvre de la maîtrise de la gâchée lors de la production des carreaux de plâtre, BTS CIRA 1ère Année, Juin- Septembre 2003, JY. Ferrandis, R. Soubirous (BPB Placo)
- ST14. F. Beloud, Caractérisation de la fermeté de fruits par une technique acoustique résonante, IUT Mesures Physiques, avril-juin 2004, JY. Ferrandis, G. Lévêque
- ST15. N. Razine, Instrumentation et traitement de signal pour des capteurs acoustiques utilisés pour la mesure de la pression, DEA d'Electronique : Composants et Systèmes, Février-Juin 2004, F. Augereau, JY. Ferrandis, G. Lévêque
- ST16. V. Dubois, Mise en place d'une régulation de la force appliquée par une sonde acoustique résonante sur un échantillon, IUT Mesures Physiques, avril-juin 2005, JY. Ferrandis,
- ST17. H. Blasco, Caractérisation in situ de l'encrassement de membrane par méthode acoustique, Projet Master 2 Recherche ENCS, Décembre 2006 D. Laux, JY. Ferrandis

- ST18. C. Chapuis, Pré étude en haute température des céramiques piézo-électriques, Projet Master 2 Recherche ENCS , Décembre 2006 JY. Ferrandis, F. Augereau
- ST19. H. Blasco Caractérisation dimensionnelle et mécanique de dépôts par méthode ultrasonore, Stage Master 2 STPI EEA Recherche ENCS avril-juin 2007 , D. Laux, JY. Ferrandis
- ST20. A. Chanyong, Caractérisation rhéologique de liants bitumineux par une méthode acoustique, Polytech Clermont-Ferrand Génie Physique, Stage 2ème Année, Juin – Août 2008 JY. Ferrandis, G. Durand (Société COLAS)
- ST21. J. Klelifa, Mise au point d'une instrumentation de capteurs acoustiques résonants pilotée par ordinateur portable, Projet Master 2 EEA CSA Décembre 2008-Février 2009, JY. Ferrandis
- ST22. L. Jaloustre, Etude métrologique d'une mesure acoustique de pression sur des crayons combustibles nucléaires des centrales d'EDF, IUT Mesures Physiques, avril-juin 2009, JY. Ferrandis, E. Rosenkrantz
- ST23. Z. Juidette, Pilotage manomètre par communication GPIB, Projet Master 2 EEA CSA Décembre 2009-Février 2010, JY. Ferrandis
- ST24. F. Cleverie, Rhéologie Acoustique de bitumes : corrélation avec les mesures en rhéologie dynamique classique, Stage Master 2 Chimie Professionnelle, Polymères et colloïdes, Bordeaux, Février-Avril 2010, JY Ferrandis, G. Durand (Société COLAS).
- ST25. V. Pahon, Caractérisation dimensionnelle de crayons à combustible nucléaire : effet dur la dispersion des mesures acoustiques de pression et de composition de gaz, IUT Mesures Physiques, avril-juin 2010, JY. Ferrandis.
- ST26. A. Dutertre, Qualification de capteurs acoustiques optimisés pour des mesures de caractérisation de gaz sur des crayons combustibles nucléaires, IUT Mesures Physiques, avril-juin 2011, JY. Ferrandis.
- ST27. L. Martinez, Qualifications électriques de pertes de lignes et de connecteurs lors de mesures acoustiques, IUT Mesures Physiques, avril-juin 2011, JY. Ferrandis.
- ST28. N. Doujjali, Mise en place d'un banc de tests de capteurs ultrasons pour caractérisation de bitumes, Projet Master 2 EEA CSA Décembre 2011-Février 2012, JY. Ferrandis, JC. Bernard (Defi Systemes)
- ST29. F. Faure, Etude de faisabilité de la caractérisation des propriétés viscoélastiques du sang avant et pendant la cascade de coagulation par des méthodes ultrasonores, Stage Master 1 STIC et Santé, Avril-Juin 2012, D. Laux, JY. Ferrandis
- ST30. R. Gallego, Qualification d'un banc expérimental pour la caractérisation de capteurs acoustiques dédiés à la mesure de la composition de gaz de fission, IUT Mesures Physiques, Avril-juin 2012, E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis
- ST31. F. Faure, Détermination d'un paramètre ultrasonore pertinent pour la caractérisation du phénomène de dessiccation d'une goutte de sang humain, Stage Master 2 STIC et Santé, Février-Juin 2013, D. Laux, JY. Ferrandis
- ST32. E. Melard, Caractérisation de la partie active de capteurs ultrasonores dédiés à la mesure in-situ de la composition de gaz de fission , IUT Mesures Physiques, avril-juin 2011, JY. Ferrandis

## **ANNEXE 4 : Partenariats**

---

### **PARTENARIATS INSTITUTIONNELS**

INS1. Contrat UM2/Région, Réalisation de microsystèmes utilisés en capteur et actionneur : couplage champs proches électrostatique et acoustique – Acquisition d'équipement, septembre 2002, J. Bonnet, JY. Ferrandis

INS2. GIS PROSETIA INRA/CNRS, axe « Capteurs pour la caractérisation in situ de surfaces encrassées », Octobre 2002, J. Attal, JY. Ferrandis

INS3. Action Concertée Incitative « Surfaces, Interfaces et Conception de nouveaux matériaux », appel à proposition 2001, Capteurs Acousto-chimiques, J. Attal, JY. Ferrandis, en collaboration avec l' IEMN-LMPM ( Montpellier)

INS4. Programme Pluriformation, Contractualisation année 2003 - 2006, Etudes des paramètres biophysiques d'un muscle par des mesures microacoustiques et électriques, JY. Ferrandis, D. Mornet (INSERM) en collaboration avec INSERM, AFM et IGM.

INS5. ANR Blanche 2007-2010 : FiltrACOPPE Propriétés morphologiques et physico-chimiques de milieux poreux formés en filtration : caractérisation in situ par méthodes optiques, acoustiques et potentiel d'écoulement, LISPB Toulouse, UTINAM Besançon, IES Montpellier, D. Laux, JY. Ferrandis

INS6. PPF BIOSTIC 2008-2010, Université Montpellier Sud de France, Caractérisation Ultrasonore de l'élasticité musculaire : vers une meilleure compréhension des myopathies. JY. Ferrandis, D. Mornet INSERM ERI 25 UM1.

INS7. Contrat de Collaboration et de Recherche, 2013, Utilisation des ultrasons pour la caractérisation des fruits entiers et l'analyse lors de la transformation des jus de fruits, UMR IES UM2-CNRS – UMR QUALISUD, UM2-UM1-CIRAD, D. Laux, JY. Ferrandis.

### **PARTENARIATS INDUSTRIELS**

IND1. Caractérisation de la prise de liants hydrauliques par champ proche acoustique, VICAT, CNRS n°751612/00, Février 2000–Août 2000, B.Cros, JY. Ferrandis (Collaboration Recherche)

IND2. Faisabilité d'une mesure de pression par microacoustique, CEA Cadarache, CNRS n°751606/00, Janvier 2001– Janvier 2002, JY. Ferrandis, F. Augereau (Collaboration Recherche)

IND3. Pré-étude sur les mesures non destructives de la pression interne dans les crayons combustibles par des méthodes dérivées de la microscopie acoustique en champ proche, EDF, UM2 n° E56977-RNE 956, Novembre 2001– Novembre 2002, JY. Ferrandis, J. Attal (Collaboration Recherche)

IND4. Etude de la réponse acoustique au choc d'une série de verres à pied, ARC INTERNATIONAL, CNRS n° 752294/00, Mars 2002 – Juillet 2002, JY. Ferrandis, G. Levêque (Prestation Service)

IND5. Caractérisation de la consistance de plâtres par une technique acoustique résonante, PLACOPLATRE, CNRS n°752296/00, Décembre 2002-Décembre 2003, JY. Ferrandis (Collaboration Recherche)

IND6. Mesure de pression par microacoustique, CEA Saclay, CNRS n°752374/00, Septembre 2002-Septembre 2005, JY. Ferrandis, F. Augereau (Collaboration Recherche)

IND7. Mise en œuvre d'une méthode acoustique pour la mesure de pression dans des tubes, EDF R&D, UM2 n°4300017795, Octobre 2004 - Octobre 2007, JY. Ferrandis, G. Levêque (Collaboration Recherche)

- IND8. Développement d'une mesure acoustique de relâchement des gaz de fission, CEA Saclay, CNRS n°4587, janvier 2006 – janvier 2009, JY. Ferrandis, F. Augereau (Collaboration Recherche)
- IND9. Vérification de la faisabilité de la technique acoustique de mesure de pression et de composition de mélanges gazeux en « laboratoire chaud », CEA Cadarache CNRS n°015147, février 2008 – février 2009, JY. Ferrandis, G. Levègue (Collaboration Recherche)
- IND10. Caractérisation rhéologique de liants bitumineux par une méthode acoustique COLAS CNRS n°027281 Mai 2008 – Octobre 2008 JY. Ferrandis ((Prestation Service)
- IND11. Réalisation des mesures acoustiques de l'expérience REMORA 3, CEA Saclay, CNRS n° 031850, septembre 2008 – décembre 2010, JY. Ferrandis, (Prestation Service)
- IND12. Mesure de la pression de 8 éprouvettes pressurisée Helium, CEA Saclay, CNRS n° 030655, octobre 2008 – septembre 2009, JY. Ferrandis, (Prestation Service)
- IND13. Optimisation et extension des mesures acoustiques dans les réacteurs expérimentaux, CEA Saclay, CNRS n° 034234, janvier 2009-décembre 2011, JY. Ferrandis, F. Augereau (Collaboration Recherche)
- IND14. Avenant n°1 Vérification de la faisabilité de la technique acoustique de mesure de pression et de composition de mélanges gazeux en « laboratoire chaud », CEA Cadarache CNRS n°036114, février 2009 – février 2010, JY. Ferrandis, G. Levègue (Collaboration Recherche)
- IND15. Etudes de sensibilité et de validation par l'IES, de capteurs acoustiques industriels mis au point par le Laboratoire, EDF Septen Juillet 2009 - Juillet 2010 CNRS n°CQN02455, JY. Ferrandis, (Collaboration Recherche)
- IND16. Caractérisation fréquentielle de la consistance de liants bitumineux par une technique acoustique résonante et fourniture d'un prototype de mesure à COLAS à des fins de recherche. COLAS CNRS n°040196 Septembre 2009 – septembre 2010 JY. Ferrandis (Prestation Service)
- IND17. Accord de coopération technologique et d'assistance relative à un sonde acoustique pour la mesure de la consistance de matériaux viscoélastiques de type Bitumes, Defi Systèmes CNRS n°061652 UM2 n°11019 Janvier 2011 - Juillet 2011 (soutenu par AFT Transfert LR, 2010 003645) JY. Ferrandis
- IND18. Réalisation des mesures acoustiques dans le cadre des essais sur la maquette thermique REMORA 3, CEA Saclay, CNRS n° 068343, décembre 2010 – décembre 2011, JY. Ferrandis, (Prestation Service)
- IND19. Optimisation de Capteurs industriels, EDF Septen Mars 2011 - Juin 2012 CNRS n°CQN02765, JY. Ferrandis, (Collaboration Recherche)
- IND20. Avenant n°1 Optimisation et extension des mesures acoustiques dans les réacteurs expérimentaux, CEA Saclay, CNRS n° 074146, décembre 2011 - décembre 2012, JY. Ferrandis, F. Augereau (Collaboration Recherche)
- IND21. Avenant n°2 Optimisation et extension des mesures acoustiques dans les réacteurs expérimentaux, CEA Saclay, CNRS n° 074146, décembre 2012 - décembre 2013, JY. Ferrandis, F. Augereau (Collaboration Recherche)
- IND22. Optimisation des mesures acoustiques dans les réacteurs expérimentaux : Extension du domaine de fonctionnement, CEA, CNRS n° 092026, Octobre 2012-décembre 2015, JY. Ferrandis, P. Combette, E. Rosenkrantz (Collaboration Recherche)
- IND23. Amélioration de la méthode acoustique pour des applications R&D industrielle, EDF Septen Juillet 2013 – Décembre 2014 UM2 n°130242 n°CQN03086, JY. Ferrandis, G. Lévègue (Collaboration Recherche)

## ANNEXE 5 : Références

---

- REF1. W.Hannum, et al., "Réacteur à neutrons rapides contre déchets nucléaires". Pour la science, Janvier 2006: p. 32-39.
- REF2. S.Belaud, "Energie nucléaire: le nouvel élan". Le journal du CNRS, Avril 2006(195): p. 19-27.
- REF3. D.R. Olander, "Fundamental Aspects of Nuclear Fuel Elements, chapter 15, TID-26711-P1". 1976: Us Dept of Energy
- REF4. P. Thevenin, D. Baron, B. Petiprez, D.Planck, "CYRANO3: the industrial PLEIADES fuel performance code for EDF PWR studies".
- REF5. D. Baron, et al. "Cyrano 3 the EDF Fuel Performance Code Especially designed for Engeneering applications". in Water Reactor Fuel Performance Meeting Proceeding. 2008. Seoul.
- REF6. J.W Wonn, "Acoustic mehod for measuring gas pressure", 1977, patent number: US 4009616, assignee: Westinghouse Electric Corp
- REF7. K.O Johnson and F.M Coffman, "Leak detector probe for fuel rods", 1976, patent number: US 3975949, assignee: Exxon Nuclear compagny, Inc
- REF8. J.W Wonn, "Method for detecting and locating defective nuclear fuel elements", 1978, patent number: US 4126514, assignee: Westinghouse Electric Corp
- REF9. V.V. Pastushin, et al. "Elaboration Of The Thermophysical Instruments For Non-Destructive Examination Of Tightness And Gas Parameters Inside Power Reactor Fuel Rods". in Published in 14th World Conference on Non Destructive Testing (14th WCNDT); Volume 5; New Delhi, India; December 8-13, 1996; pp. 25-37. 1997.
- REF10. McClelland, "Method and apparatus for detection of failed fuel rods by use of acoustic energy frequency attenuation ", 1998, patent number: US 5790617, assignee: Siemens Power Corporation.
- REF11. J.P Marco, "Etude et réalisation de capteurs microacoustiques spécifiques pour la mesure de pression à travers une paroi". 1996, Thèse de doctorat Université Montpellier II.
- REF12. M.F Narbey, "Mesure de pression et de composition des gaz de fission dans les crayons combustibles des centrales à réacteur à eau pressurisée par méthode acoustique." 2000, Thèse de doctorat Université Montpellier II.
- REF13. J.C. Vyas, et al., "A non-invasive ultrasonic gas sensor for binary gas mixtures". Sensors and Actuators B: Chemical, 2006. 115(1): p. 28-32.
- REF14. M. F. Narbey, et al., " Determination of the composition of a gas mixture in a nuclear fuel rod by an acoustic method." INSIGHT, 2000. 42(9): p. 603-605.
- REF15. Hurly J.J., et al., "Virial equation of state of helium, xenon, and helium-xenon mixtures from speed-of-sound and Burnett PpT measurements". International Journal of Thermophysics, 1997. 18(3): p. 579-634.
- REF 16. C. Tsonopoulos, and J.L Heidman, "From Redlich-Kwong to the present," Fluid Phase Equilibria, vol. 24, pp. 1-23, 1985.
- REF17. G. Lévêque, E. Rosenkrantz, D. Laux, "Correction of diffraction effects in sound velocity and absorption measurements". Measurement Science and Technology, 2007. 18 p. 3458–3462.
- REF18. G. Lévêque, E. Rosenkrantz, and D. Baron, "Acoustic Injection Into a Pressurized Gas Through a Metallic Wall," Acta Acustica united with Acustica, vol. 93, pp. 722-729, 2007.

REF19. R. J. White, S. B. Fisher, P. M. A. Cook, R. Stratton, C. T. Walker, and I. D. Palmer, "Measurement and analysis of fission gas release from BNFL's SBR MOX fuel," *Journal of Nuclear Materials*, vol. 288, no. 1, pp. 43-56, 2001.

REF20. [http://www.cea.fr/energie/les\\_reacteurs\\_nucleaires\\_experimentaux](http://www.cea.fr/energie/les_reacteurs_nucleaires_experimentaux)

REF21. J. Siefken, SCRAP/RELAP5/MOD3.3 Code Manual, NUREG/CR-6150, Vol.2, Rev.2, INEL-96/0422 2001.

REF22. K.A. Gillis, Thermodynamic properties of two gaseous halogenated ethers from speed-of-sound measurements: Difluoromethoxy-difluoromethane and 2-difluoromethoxy-1,1,1-trifluoroethane. *International Journal of Thermophysics*, 1994. 15(5): p. 821-847.

REF23. M.R. Moldover, J.B. Mehl, and M. Greenspan, Gas-filled spherical resonators: Theory and experiment. *The Journal of the Acoustical Society of America*, 1986. 79(2): p. 253-272.

REF24. J.D. Dymond, K.N. Marsh, R.C Wilhoit, The virial coefficients of pure gases and mixtures : a critical compilation / J. H. Dymond and E. B. Smith. Series: Landolt-Börnstein: Numerical Data and Functional Relationships in Science and Technology - New Series, Subvolume 21A et 21B Subseries: Physical Chemistry. 2003: Springer.

REF25. M.W Hooker, Properties of PZT-Based Piezoelectric Ceramics Between -150 and 250 C 1998, NASA Langley Research Center. p. 28 pages.

REF26. V.M Baranov, S.P. Martynenko, and A.I. Sharapa, Durability of ZTL piezoceramic under the action of reactor radiation. *Atomic Energy*, 1982. 53(5): p. 803-804.

REF27. G.H. Broomfield, The effect of low-fluence neutron irradiation on silver-electroded lead-zirconate-titanate piezoelectric ceramics. *Journal of Nuclear Materials*, 1980. 91(1): p. 23-34.

REF28. Studying the electrophysical parameters of piezoceramics of various types in an IVV-2M reactor. *Atomic Energy*, 1984. 57(2): p. 544-548.

REF29. L. Merkulov, and A. Kharitonov, Theory and analysis of sectional concentrators. *Soviet Phys. Acoust.*, pp. 183-190, 1959.

REF30. D. Ensminger, Solid cone in longitudinal half-wave resonance. *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 32, pp. 194-196, 1960.

REF31. E. Eisner. Resonant vibration of a cone. *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 36, pp. 309-312, 1964.

REF32. L. Merkulov. Design of ultrasonic concentrations. *Soviet. Phys.-Acoust.*, vol. 3, pp. 246-255, 1957.

REF33. E. Eisner. Design of sonic amplitude transformers for high magnification. *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 35, pp. 1367-1377, 1963.

REF34. E. Eisner and J. Seager. A longitudinal resonant stub for vibrations of large amplitude. *Ultrasonics*, pp. 88-98, 1965.

REF35. C. Prugne. Etude d'une sonde en champ proche acoustique et application à la microscopie. Thèse de doctorat, Montpellier II, 1997.

REF36. J. Attal, G. Despau, B. Cros, G. Levéque, Ch. Prugne et J Van Est. Systèmes acoustiques pour mesure locale des paramètres élastiques de solides ou liquides. N° d'enregistrement national : 97 10747, date de dépôt: 28.08.97. Brevet.

REF37. J. Van Est. Développement d'une sonde acoustique en champ proche et de l'instrumentation associé. Thèse de doctorat, Montpellier II, 2000.

- REF38. W. Mason. An electromechanical representation of a piezoelectrique crystal used as a transducer. Proceedings of the Institute of Radio Engineers, vol. 23, pp.1252, 1935.
- REF39. D. Royer. Ondes élastiques dans les solides. Masson, vol.2, chapitre 6, 1996.
- REF40. D. Royer. Ondes élastiques dans les solides. Masson, vol.1,1996.
- REF41. G. Chertock, "Sound radiation from vibrating surfaces," J. Acoust. Soc. Am., vol. 36, pp. 1305-1313, 1964.
- REF42. L. G. Copley, "Integral equation method for radiation from vibrating bodies," J. Acoust. Soc. Am., vol. 41, pp. 808-816, 1967.
- REF43. H. A. Schenck, "Improved integral formulation for acoustic radiation problems," J. Acoust. Soc. Am., vol. 44, pp. 41-58, 1968.
- REF44. H. Hertz. On the contact of elastic solids. Für die reine und angewandte Mathematik, 92(156) :343-350, 1882.
- REF45. M. Vivarat-Perrin, "Mesures de viscosité en ligne, toujours perfectibles," in MESURES, vol. 707, 1998, pp. 57-60.
- REF46. C. Hu, F. de Larrard, T. Sedran, C. Boulet, F. Bosc, and F. Deflorenne, "Validation of BTRHEOM, the new rheometer for soft to fluid concrete," Mater. & Struct., vol. 29, pp. 620-631, 1996.
- REF47. F. De Larrard, C. Hu, T. Sedran, J. Sztikar, M. Joly, F. Claux, and F. Derkx, "A new rheometer for soft-to-fluid fresh concrete," ACI Materials Journal, vol. 94, pp. 234-243, 1997.
- REF48. G. H. Tattersall, "Progress in measurment of workability by the two point test," presented at Int. Conf. On Properties of Fresh Concrete, London, 1990.
- REF49. P. F. G. Banfill, "A coaxial cylinders viscometer for mortar," presented at Int. Conf. On Rheology of fresh cement end concrete, Liverpool, 1990.
- REF50. O. H. Wallevik and O. E. Giorv, "Development of a coaxial cylinders viscometer for fresh concrete," presented at Int. Conf. On Properties of Fresh Concrete, London, 1990.
- REF51. C. Hu, "Rhéologie des bétons fluides," in LCPC. Paris, 1995.
- REF52. S. Labouret, I. Looten-Baquet, C. Bruneel, and J. Frohly, "Ultrasound method for monitoring rheology properties evolution of cement," Ultrasonics, vol. 36, pp. 205-508, 1998.
- REF53. R. Livingston, M. Manghnani, and M. Prasard, "Characterization of the Portland cement concrete microstructure using the scanning acoustic microscope," Cement and Concrete Research, vol. 29, pp. 287-291, 1999
- REF54. W. J. McCarter, S. Garvin, and N. Bouzid, "Impedance measurements on cement paste," Journal of Materials Science Letters, vol. 7, pp. 1056-1057, 1988.
- REF55. A. Boumiz, "Etude comparée des évolutions mécaniques et chimiques des pâtes de ciment et mortiers à très jeune age. Développement des techniques acoustiques," Paris: Paris 7, 1995.
- REF56. A. Boumiz, "Mechanical properties of cement pastes," Adv. Cement based Materials, vol. 3, pp. 94-106, 1996.
- REF57. D. Daligan, «Plâtre, Techniques de l'Ingénieur », T1252, Mai 2002.
- REF58. C. W. Macosko. Rheology : Principle, measurements and applications. New York, Wiley-VCH (1994) 550 pages.

- REF59. M.Valente, " Evaluation non destructive de la fermeté de la mangué par la technique acoustique impulsionnelle", FRUIT, 2000, vol 55, p 333-345
- REF60. V. Bellon-Maurel, et al. "Automatisation du contrôle qualité des fruits et légumes," PHM REVUE HORTICOLE, 1999, vol 408, p 28.
- REF61. A.J. Matheson. Molecular Acoustics. Wiley-Interscience, 290 pages 1971.
- REF62. R.S. Lakes. Viscoelastic measurement techniques. Review of Scientific Instruments, vol. 75(4), pp. 797-810, 2004.
- REF63. H. T. O'Neil. Reflection and refraction of plane shear waves in viscoelastic media. Physical Review, vol.75(6), pp. 928-935, 1949.
- REF64. W. P. Mason, W. O. Baber, H. J. McSkimin and J. H. Heiss. Measurement of shear elasticity and viscosity of liquids at ultrasonic frequencies. Physical Review, vol. 75(6), pp. 936-946, 1949.
- REF65. V.Shah and K. Balasubramaniam. Effect of viscosity on ultrasound wave reflection from a solid/liquid interface. Ultrasonics, vol. 34(8), pp.817-834, 1996.
- REF66. I. Alig, D. Lellinger and S. Tadjbaksch. Sonic methods for characterizing polymeric materials. Polymeric Materials Science and Engineering, vol. 79, pp. 31, 1998.
- REF67. I. Alig, S. Tadjbaksch and A. Zosel. Comparison of ultrasonic shear wave and dynamic mechanical measurements in acrylic –type copolymers. Journal of polymer Science: Part B., vol.36, pp. 1703-1711 , 1998.
- REF68. I. Alig. Ultrasonic relaxation and complex heat capacity. Termochimica Acta, vol. 304-305 pp. 35-49, 1997.
- REF69. P.Y. Login, C. Verdier and M. Piau. Dynamic shear rheology of high molecular weight polydimethylsiloxanes: comparison of rheometry and ultrasound. Journal of Non Newtonian Fluid Mechanics, vol. 76, pp. 213-232, 1998.
- REF70. V. V. Shah and K. Balasubramaniam . Measuring newtonien viscosity from the phase of reflected ultrasonic shear wave. Ultrasonics, vol. 38(9), pp. 921-927, 2000.
- REF71. C. Verdier, P-Y. Longin et M.Piau. Dynamic shear and compressional behavior of polydimethylsiloxanes : Ultrasonic and low frequency characterization. Rheological Acta, vol. 37, pp. 234-244, 1998.
- REF72. A. Kulmyrzaev, D.J. McClements 2000 Asylbek Kulmyrzaev, Carlotta Cancelliere, David Julian McClements Characterization of aerated foods using ultrasonic reflectance spectroscopy. Journal of Food Engineering, vol. 46, pp. 235-241, 2000.
- REF73. V. Leroy, K.M. Pitura, M.G. Scanlon, J.H. Page. The complex shear modulus of dough over a wide range. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanic, vol. 165, pp. 475-478, 2010.
- REF74. F. Marini, A.L. Magri, F. Balestrieri, F. Fabretti and D. Marini. Supervised pattern recognition applied to the discrimination of the floral origin of six types of Italian honey samples. Analytica Chimica Acta, vol. 515(1), pp. 117-125, 2004.
- REF75. B.S. Radovic, R. Goodacre and E. Anklam. Contribution of pyrolysis-mass spectrometry (Py-MS) to authenticity testing of honey. Journal of Analytical and Applied Pyrolysis, 60(1), pp. 79-87, 2001.
- REF76. Zhenbo Wei, Jun Wang and Wenyan Liao. Technique potential for classification of honey by electronic tongue. Journal of Food Engineering, vol. 94 (3-4), pp. 260-266, 2009.

- REF77. E. Crane. In Eva Crane (Ed.). Honey: a comprehensive Survey (1975).
- REF78. J. W. White Jr. Honey. *Advances in food research* 24, pp. 287-364, Academic Press, New York, San Francisco, London, 1978.
- REF79. E. B. Wedmore. The accurate determination of the water content of honeys. Part I. Introduction and results. *Bee World*, vol. 36(11), pp. 197-206, 1955.
- REF80. Z. Kantor, G. Pitsi and J. Thoen. Glass transition temperature of honey as a function of water content as determined by differential scanning calorimetry. *Journal of Agricultural Food Chemistry*, vol. 47, pp. 2327-2330, 1999.
- REF81. P.A. Sopade, B. Bhandari, P. Halley, B. D'Arcy and N. Caffin. Glass transition in Australian honeys. *Food Australia*, vol. 53, pp. 399-404, 2001.
- REF82. W. Guo, X. Zhu, Y. Liu and H. Zhuang. Sugar and water contents of honey with dielectric property sensing. *Journal of Food Engineering*, vol. 97, pp. 275-281, 2010.
- REF83. J. G. Mottley, A. Miller (1990). « Anisotropy of the ultrasonic attenuation in soft tissues : measurements in vitro ». *The Journal of the Acoustical Society of America* 88(3) : 1203-1210.
- REF84. J. Bercoff, S. Chaffai, M. Tanter, L. Sandrin, S. Catheline, M. Fink, J.L. Guennisson, M. Meunier (2003). « In vivo breast tumor detecting transient elastography ». *Ultrasound in Medicine & Biology* 29(10) : 1387-1396.
- REF85. A.P. Sarvazyan, O.V. Rudenko, S.D. Swanson, J.B. Fowlkes, S.Y. Emelianov (1998). « Shear wave elasticity imaging: a new ultrasonic technology of medical diagnostics ». *Ultrasound in Medicine & Biology* 24(9) : 1419-1454.
- REF86. M. Tanter, J. Bercoff, R. Sinkus, T. Defieux, J.L. Guennisson, M. Fink (2007). « L'élastographie par ultrasons ou résonance magnétique : de nouveaux outils de diagnostics en cancérologie ». *Médecine Nucléaire* 31 : 132-141.
- REF87. J. Ophir, I. Céspedes, H. Ponnekanti, Y. Yazdi Y, X. Li (1991). « Elastography: a quantitative method for imaging the elasticity of biological tissues ». *Ultrasonic Imaging* 13(2) : 111-145.
- REF88. P. Peetrons, M. Court-Payen, V. Creteur, P. Schmit (2006). « Atlas d'échographie du système locomoteur : Membre inférieur ». Sauramps médical.
- REF89. J.P. Mattei, M.A. d'Agostino, Y. Le Fur, S. Guis, P. Cozzone, D. Bendahan (2008). « Apport du scanner, de l'échographie et de l'IRM dans la pathologie musculaire de l'adulte ». *Revue du Rhumatisme* 75: 118-125.
- REF90. J.Ophir, B.Garra, F.Kallel, E. Konofagou, T. Krouskop, R. Righetti, T. Varghese (2000). «Elastographie Imaging ». *Ultrasonic in Medicine. & Biology* 26 : 23-29.
- REF91. K. Hoyt, B. Castaneda, J. Parker (2007). « Muscle Tissue Characterization Using Quantitative Sonoelastography: Preliminary Results ». *IEEE Ultrasonic Symposium*.
- REF92. M. Fatemi, J. F. Greenleaf (1999). «Vibro-acoustography: An imaging modality based on ultrasound-stimulated acoustic emission». *Proceedings National Academy Science* 96 : 6603-6608.
- REF93. L. Zhai, J. Madden, W.C. Foo, M.L. Palmeri, V. Mouraviev, T.J. Polascik, K.R. Nightingale (2010). «Acoustic radiation force impulse imaging of human prostates ex vivo». *Ultrasound in Medicine & Biology* 36 : 576-588.
- REF94. L. Sandrin, C. Fournier, V. Miette, S. Yon, J.M. Hasquenoph (2006). « Fibroscan: un outil non invasive de mesure de la dureté du foie par élastométrie ». *IRBM* 27(1) : 25-31.

REF95. J.L. Guennisson (2003). «Le palpeur acoustique : un nouvel outil d'investigation des tissus biologiques». Thèse, Université Paris 6.

REF96. J. Bercoff, M. Tanter, M. Fink (2004). « Supersonic shear imaging (SSI) for soft tissues elasticity and viscosity mapping ». IEEE transaction for Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control 51(4) : 396-409.

REF97. A. Leydier, "Conception d'un instrument ultrasonore haute fréquence pour la caractérisation des tissus biologiques sains et pathologiques", 20 Juin 2008, Thèse de doctorat Université Montpellier II.

REF98. N. Tanveer, MC. Sharma, C. Sarkar, S. Gulati, V. Kalra, S. Singh, R. Bhatia, Diagnostic utility of skin biopsy in dystrophinopathies, Clin. Neurol. Neurosurg., 111 (2009), pp. 496–502

## ANNEXE 6 : Publications significatives

---

J'ai choisi de vous présenter 5 publications qui marquent mes activités de recherche au cours de ces dix dernières années.

- JY. Ferrandis, G. Lévêque, ***In situ measurement of elastic properties of cement by an ultrasonic resonant sensor***, *Cem. Concr. Res.*, 33(8), (2003), [ACL10] me paraît important car il présente pour la première fois la résolution du problème inverse dans le domaine de matériaux non liquides. Il s'agit en effet de remonter aux propriétés viscoélastiques de matériaux à partir des mesures de paramètres de résonance acoustique. Il nous permet par ailleurs d'initier plusieurs collaborations dans le domaine de la caractérisation de matériaux viscoélastiques et ancre cette thématique comme l'un des axes forts de notre équipe.

- M. Valente, JY Ferrandis, ***Evaluation of textural properties of mango tissue by a near-field acoustic method***, *Postharvest Biol. Technol.*, 29(2), (2003) 219-228, [ACL11] présente une première application des travaux initiés pendant ma thèse. Ces travaux sont aussi une prise de contact dans le domaine de l'Agronomie.

- E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis, G. Lévêque, D. Baron, ***Ultrasonic measurement of gas pressure and composition for nuclear fuel rods***, *Nuclear Instrument A*, 603(3), (2009) 504-509, [ACL24] est issu des travaux de la thèse d' E. Rosenkrantz et présente les principes de la mesure de la pression et la composition dans les tubes combustibles. Cet article fait suite au dépôt d'un brevet en 2007 et traduit la reconnaissance de nos activités scientifiques par la communauté nucléaire.

- E. Rosenkrantz, JY. Ferrandis, F. Augereau, T. Lambert, D. Fourmentel, and X. Tiratay, ***An Innovative Acoustic Sensor for In-Pile Fission Gas Composition Measurements***, *IEEE Transactions on Nuclear Science*, 60(2), 1346 – 1353, 2013 [ACL29] est un article de revue présentant le second volet de nos activités dans le développement de capteurs acoustiques en milieu hostile. Il fait un point sur notre forte implication dans le domaine de l'instrumentation des réacteurs nucléaires expérimentaux.

- JY. Ferrandis, E. Rosenkrantz, G. Lévêque, D. Baron, JC. Segura, G. Cecilia, O. Provitina, ***Full-scale Hot Cell Test of an Acoustic Sensor Dedicated to Measurement of the Internal Gas Pressure and Composition of a LWR Nuclear Fuel Rod***, *IEEE Transactions on Nuclear Science*, 60(4), 2894-2897 [ACL31] est le dernier article de revue, en collaboration avec nos partenaires, présentant les performances de capteurs acoustiques pour la mesure de composition et de pression sur des tubes REP. Il ouvre la voie à la valorisation des travaux effectués jusqu'à présent.





Pergamon

Available online at [www.sciencedirect.com](http://www.sciencedirect.com)

SCIENCE @ DIRECT®

Cement and Concrete Research 33 (2003) 1183–1187

**CEMENT AND  
CONCRETE  
RESEARCH**

## In situ measurement of elastic properties of cement by an ultrasonic resonant sensor

J.Y. Ferrandis\*, G. Leveque

*Laboratoire d'Analyse des Interfaces et de Nanophysique (LAIN), UMR CNRS 5011, Université Montpellier II,  
Place E. Bataillon, Montpellier Cedex 05 34095, France*

Received 27 March 2002; accepted 15 January 2003

### Abstract

The ultrasonic sensor is composed of a resonator excited by a piezoelectric element. It is in the shape of a solid metallic cylinder with a fine cylindrical tip. The tip is dived into the cement to be tested, where it generates propagating and standing waves. The frequency of resonance of the system gives us information on the elastic properties of the paste. The sensor is mostly sensitive to the shear modulus  $G'$  of the medium. With the described sensor, the range  $10^6 < G' < 10^7$  Pa is tested. Other ranges can be selected by changing the size of the cylinder or the tip.

© 2003 Elsevier Science Ltd. All rights reserved.

*Keywords:* Ultrasonic measurement; Cement; Rheology; Mechanical properties; Hydration

### 1. Introduction

During the hydration of cements and concrete, strong variations of rheological properties are observed [1–3]. The setting and hardening result from a complex chemical process involving numerous chemical components. Elastic properties of cements vary drastically and continuously as the paste passes from a quasi-liquid state to a solid. There are several empirical methods to check the loss of workability and the hardening of the medium [4]. One method tests the breaking point of the sample by measuring the slump of a standardised volume (e.g., the “Abrams cone”). A second method examines the penetration of a solid in the paste (e.g., the so-called “Vicat’s needle”). These tests sometimes are not carried out directly on the product, but on samples poured simultaneously and supposed to be in the same conditions as in the bulk.

Rheometers are used to follow the modifications of mechanical properties. During the early stages of hardening, rheometers follow the viscosity of a fluid sample between two cones or plates [5–10]. A rheometer using an oscil-

lating probe has also been proposed [11] to minimise the shear of the samples.

For mature cements, solid samples are tested, with different sample geometries. Few apparatus permit mechanical measurements from the beginning up to the complete solidification of a same sample. The results of different methods can be linked, in order to follow the full range of setting–hardening, from the early age to the complete strength [12].

Acoustic waves are used successfully for the determination of mechanical properties of cement pastes and mortars, from the mix to the cure [3,13,14]. With compression waves, the methods have little efficiency in the early stages of the hardening because of the relative insensitivity of the longitudinal velocity to the formation of the gel structure.

Methods using acoustic transverse wave are also proposed [15,16] as method including these two kinds of waves [17–20]. The “vibroscope,” for instance, measures the velocity of both types of waves at low frequency (100–5000 Hz).

We proposed in Ref. [21] a novel acoustic method and a compact-sized and easy-to-handle probe to monitor the hardening. But the indicated values were not related to the intrinsic properties of the material. This paper will show that our apparatus follows the complex shear modulus and can be calibrated.

\* Corresponding author. Tel.: +33-467-144-909; fax: +33-467-521-584.

E-mail address: [ferrandi@lain.univ-montp2.fr](mailto:ferrandi@lain.univ-montp2.fr) (J.Y. Ferrandis).





## Evaluation of textural properties of mango tissue by a near-field acoustic method

Marc Valente<sup>a,\*</sup>, Jean Yves Ferrandis<sup>b</sup>

<sup>a</sup> CIRAD-AMIS Advanced Methods for Innovation in Science, Agrifood Programme, TA 40116, 73 rue J.F. Breton, F-34398 Montpellier Cedex 5, France

<sup>b</sup> Laboratoire d'Analyse des Interfaces et de Nanophysique, UMR CNRS 5011, Université Montpellier 2, Place E. Bataillon, F-34095 Montpellier Cedex 5, France

Received 5 June 2002; accepted 9 December 2002

### Abstract

A near-field acoustic (NFA) method was applied to characterize viscoelastic properties of mango pulp tissue. The developed sensor was a stepped horn consisting of a cylindrical body and a coupled cylindrical tip to be inserted into the pulp sample. The properties of the pulp altered the mechanical resonance of the horn and the electrical resonance of the piezoelectric element, which served as both input and output port. The measured acoustic parameters represented the shift of the resonance frequency ( $\Delta f$ ) and the attenuation of the peak amplitude ( $\Delta(1/Z)$ ) of the probe when its vibrating tip was immersed in air, the reference medium, and then inserted into the pulp sample. Acoustic testing was carried out on each fruit at four locations evenly distributed in the middle parenchyma tissue of an equatorial section. The acoustic data were then compared to the 10 mm depth penetration force values obtained for the same four pulp locations. The results obtained for 45 mangoes with a wide range of maturity showed that  $\Delta f$  was very sensitive to the quality of the probe-medium interface, especially for unripe fruit, and poorly correlated with puncture test values. In contrast, the acoustic parameter  $\Delta(1/Z)$  was significantly correlated with mango pulp firmness  $F_p$  ( $r = 0.92$ ) assessed by puncture test. The relationship between these two parameters was slightly improved by a hyperbolic equation ( $r = 0.95$ ). The NFA method developed appears to be a promising tool for assessing mango pulp texture and for following texture changes during fruit ripening.

© 2003 Elsevier B.V. All rights reserved.

**Keywords:** *Mangifera indica*; Mango; Pulp firmness; Near-field acoustics; Resonator; Viscoelastic properties

### 1. Introduction

Viscoelastic properties have long been recognized as relevant to the study of fruit maturity at harvest and during ripening, storage and transport, and also to the prediction of the potential shelf life of marketed fruit. Viscoelastic properties are also related to human perception of fruit

\* Corresponding author. Tel.: +33-467-614435; fax: +33-467-615515.

E-mail address: [valente@cirad.fr](mailto:valente@cirad.fr) (M. Valente).





Contents lists available at ScienceDirect

# Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A

journal homepage: [www.elsevier.com/locate/nima](http://www.elsevier.com/locate/nima)

## Ultrasonic measurement of gas pressure and composition for nuclear fuel rods

Eric Rosenkrantz<sup>a,\*</sup>, Jean-Yves Ferrandis<sup>a</sup>, Gérard Leveque<sup>a</sup>, Daniel Baron<sup>b</sup><sup>a</sup> Institut Electronique du Sud UMR CNRS 5214, Université Montpellier 2 CC 082, 34095 Montpellier Cedex 5, France<sup>b</sup> EDF R&D, Les Renardières, Route de Sens, 77818 Moret sur Loing Cedex, France

### ARTICLE INFO

#### Article history:

Received 17 September 2008  
 Received in revised form  
 18 February 2009  
 Accepted 21 February 2009  
 Available online 4 March 2009

#### Keywords:

Ultrasonic sensor  
 Signal processing  
 Non-destructive measurement  
 Fission gases released  
 Pressure and composition measures  
 LWR fuel rods

### ABSTRACT

The objective of this work was to develop an acoustic method giving an easy access to the pressure and the composition of the internal gas mixture in the upper plenum of a standard LWR fuel rod. Work began in 1993 and proof of concept was achieved in 1999. However, the initial problem was not totally solved because of the presence of the upper spring in the LWR fuel rod. This spring mainly induced a large decrease in the acoustic amplitude response and the above solution was not applicable. The method has been revised recently for several aspects: the design of the sensor to optimize the acoustic power injection through the cladding rod and the entire experimental protocol, including the signal processing in the time and frequency spaces. A single  $\lambda/2$  layer (instead of the standard solution in  $\lambda/4$ ) of low impedance material (compared with the transducer and tube wall impedance) was found to be a better matching layer.

© 2009 Elsevier B.V. All rights reserved.

### 1. Introduction

The goal of this work was to develop a non-destructive acoustic method, economic and easy to carry out, allowing measurement of the pressure and the composition of the internal gas mixture in the upper plenum of a standard LWR fuel rod. The sensor should be tiny enough to perform these measures in fuel assemblies (Fig. 1).

Rod internal pressure is one engineering and safety criterion among others, like cladding corrosion, against which the acceptable fuel burn-up limit is set. Its measurement is required for validating engineering code simulations used in constituting the safety reports. Indeed, the pressure criterion must be verified in order to avoid any fuel-cladding gap reopening risk, and therefore any local clad swelling. Apart from the safety implications, the internal pressure is also a fuel rod behaviour indicator and reflects the overall fuel rod performance in operation, but also during transport and long-term storage allowing desorption analysis.

Obviously, pressure and gas composition are correlated. Gas composition gives information on the noble fission gases release within the fuel rod free volumes (helium, krypton and xenon) [1,2]. If the plenum volume is known, this technique allows a direct gas release inventory. Such information is indeed required

in validating the engineering simulation codes [3]. Performing large-scale sampling will allow in the future to feed statistic databases and to develop probabilistic methodologies.

Several non-destructive methods exist to measure the internal gas pressure, e.g. measurement by gamma scanning of <sup>85</sup>Kr, which required heavy apparatus [4,5]. There is no rapid and accurate method for determining the fission gas internal pressure and gas composition without puncturing the fuel rod. As this procedure must be performed in hot cells (because of the high activity), a relatively small number of measurements are made compared with the large number of fuel rods irradiated.

The method for pressure measurement was established since 1993. It consist in injecting an acoustic pulse on the fuel rod and to analyse the signal received by the transducer after a double pass of the sound through the gas [6]. The exploitation of experimental signal remained difficult due to weak amplitude of acoustics signals. Signal amplitude was weak because of the plane transducer coupled by a quarter wavelength ( $\lambda_0/4$ ) layer of water. In a second thesis [7], the sensor used was tile shaped as in Fig. 1. The performances were improved and measurement of gas composition became possible [8], but only for empty tubes (not filled with a hold-on spring). Though the system was not convenient for real fuel tubes, these works demonstrated the feasibility of performing the measurements and established the signal processing basis [9].

One physical limit comes from the small acoustic impedance of gas compared with the metallic tubes, which induces strong signal losses by multiple reflexions. The second limit comes from

\* Corresponding author. Tel.: +33 6 64 15 78 07;

fax: +33 4 67 52 15 84, +33 4 67 14 49 09.

E-mail address: [eric.rosenkrantz@ies.univ-montp2.fr](mailto:eric.rosenkrantz@ies.univ-montp2.fr) (E. Rosenkrantz).



# An Innovative Acoustic Sensor for In-Pile Fission Gas Composition Measurements

E. Rosenkrantz, J. Y. Ferrandis, F. Augereau, T. Lambert, D. Fourmentel, and X. Tiratay

**Abstract**—In this article we propose a new method able to determine the fission gas composition using *in situ* ultrasonic waves measurements. To do so an acoustic resonator was connected to a fuel rodlet, in order to perform speed of sound measurements of gas mixture (Helium and fission gases) inside the plenum. By using a dedicated signal processing the peaks due to resonant frequencies inside the gas mixture were successfully extracted from the output signal. From these data, the variations of helium and fission gas molar fraction were calculated using an adapted virial state equation. It will be proved that these data provide important information about the kinetics of gas release and about the effects of high neutron and gamma irradiation on piezoceramic sensors.

**Index Terms**—Acoustic sensors, material testing reactor, non-destructive evaluation fission gasses.

## I. INTRODUCTION

OPTIMIZING the lifetime of nuclear fuel rods without reducing safety margins (e.g., minimizing clad corrosion or excessive increase of the internal pressure) requires better control of helium and fission gas release within the fuel rod's free volumes. The presence of gas directly influences the thermophysical behavior of nuclear fuel. High-performance experimental programs and an innovative instrumentation for Material Testing Reactors (MTR) allowed a good understanding of the mechanics and thermophysics of nuclear fuel. However, better insight into the composition and pressure of noble gases released into the fuel rod (helium, krypton and xenon) should still be reached [1], [2].

In a real gas the speed of sound depends not only on the gas thermodynamic parameters (temperature, pressure) but also on the gas molar mass. Therefore, the measurement of the speed of sound represents an ideal way of determining both the molar mass of a gas and its composition (in a case of binary mixture).

Manuscript received August 29, 2012; revised December 03, 2012 and February 09, 2013; accepted March 05, 2013. Date of publication April 02, 2013; date of current version April 10, 2013. This work was supported in part by AREVA-NP and EDF concerning the REMORA 3 experiment.

E. Rosenkrantz, J. Y. Ferrandis, and F. Augereau are with the CNRS-University Montpellier 2, Southern Electronic Institute, UMR 5214, F-34095 Montpellier, France (e-mail: eric.rosenkrantz@univ-montp2.fr).

T. Lambert is with the CEA-Nuclear Energy Direction-Fuel Studies Department-Cadarache, F-13108 Saint-Paul-Lez-Durance, France (e-mail: thierry.lambert@cea.fr).

D. Fourmentel is with the Reactor Studies Department, French Nuclear Energy and Alternative Energies Commission, CEA Cadarache, F-13108 Saint Paul-Lez-Durance, France (e-mail: damien.fourmentel@cea.fr).

X. Tiratay is with the CEA, Nuclear Energy Division, Nuclear Reactors and Facilities Department, F-91191 Gif Sur Yvette, France (e-mail: xavier.tiratay@cea.fr).

Digital Object Identifier 10.1109/TNS.2013.2252624

Nowadays, accurate measurements of the speed of sound in gas are performed by means of stationary acoustic waves generated in acoustic resonators (cylindrical or spherical) with a relative uncertainty between  $10^{-5}$  and  $10^{-3}$  [3], [4].

Consequently, in previous works, we developed an acoustic sensor to measure the pressure and the composition of gas in the fuel rod out of reactor, in a hot cell, where the rod itself can act as a cylindrical acoustic interferometer [5]–[7]. In this study, conducted in collaboration with EDF between 2004 and 2009, the acoustic sensor allowed the measurement of the composition of fission gas with a 1% uncertainty. The speed of sound was deduced from the resonance frequencies measured within the cavity. The gas pressure was obtained via a calibration curve relating the amplitude of the gas resonance and the pressure. However, the described procedure gives no information about the kinetics of fission gas release.

In this paper we present an innovative acoustic sensor designed to operate under transient conditions and able to measure the composition in fuel rods during irradiation. This will bring a better understanding of the high burn-up fuel behavior. However, at this stage, it is not possible to give an estimation of the internal pressure because we cannot predict the variation of the acoustic signals amplitude under neutron and gamma fluencies.

The device was tested on a high Burn-Up fuel MOX (Mixed Oxides) rodlet extracted from a French PWR (Pressurized Water Reactor) fuel rod irradiated for five cycles. Afterwards the rodlet was irradiated one more time (REMORA 3 experiment) in a rig specifically adapted to be used in MTR (OSIRIS reactor, Saclay 2010). The REMORA 3 irradiation experiment focused on fission gas release kinetics by on-line measurements of the gas mixture molar mass and the molar fractions [8].

## II. PHYSICAL BACKGROUND

The acoustic sensor measures the speed of sound in the gas mixture. This value, together with the temperature and pressure of fission gas mixture, is used to deduce the gas molar mass and its composition. In the REMORA 3 experiment, the pressure was measured with a counter-pressure sensor and the temperature with a thermocouple [8].

In the range of temperatures and pressures reached during the REMORA 3 experiment, the gas mixture cannot be assumed to be an ideal gas. Therefore, the speed of sound is given by the following “acoustic virial equation” [9]:

$$c^2 = \frac{\gamma RT}{M} [1 + \beta_{mix} p + \gamma_{mix} p^2 + \dots] \quad (1)$$

where  $c$  is the speed of sound (in  $\text{ms}^{-1}$ ),  $p$ —pressure (in Pa),  $T$ —temperature (in K),  $R$ —universal gas constant and  $\gamma$ —adiabatic index ( $= 5/3$  for monoatomic gas). The acoustic



# Full-Scale Hot Cell Test of an Acoustic Sensor Dedicated to Measurement of the Internal Gas Pressure and Composition of a LWR Nuclear Fuel Rod

J. Y. Ferrandis, E. Rosenkrantz, G. Lévêque, D. Baron, J. C. Segura, G. Cécilia, and O. Provitina

**Abstract**—A full-scale hot cell test of the internal gas pressure and composition measurement by an acoustic sensor was carried out successfully between 2008 and 2010 on irradiated fuel rods in the LECA-STAR facility at CADARACHE Centre. The acoustic sensor has been specially designed in order to provide a non-destructive technique to easily carry out the measurement of the internal gas pressure and gas composition (mainly Helium-Xenon mixture, with a small amount of Krypton) of a LWR nuclear fuel rod. This sensor has been achieved in 2007 and is now covered by an international patent. We performed the gas characterisation contained in irradiated fuel rods. The acoustic method accuracy is now  $\pm 5$  bars on the pressure measurement result and  $\pm 0.3\%$  on the evaluated gas composition. The results of the acoustic method were compared to puncture results (destructive sampling). Another significant conclusion is that the efficiency of the acoustic method is not altered by the irradiation time, and possible modification of the cladding properties. The sensor-operating characteristics have not been altered by a two-year exposure in the hot cell conditions. These results make it possible to demonstrate the feasibility of the technique on irradiated fuel rods. The transducer and the associated methodology are now operational.

**Index Terms**—Acoustic measurements, acoustic transducer, nuclear instrumentation, nuclear fuel rod.

## I. INTRODUCTION

SEVERAL non-destructive methods coexist to assess the internal gas pressure, e.g. measurement by gamma scanning of  $^{85}\text{Kr}$ , which requires heavy devices [1], [2]. Other methods had been investigated in the past, but no satisfactory solution has been proposed since; then there is no easy and accurate non-destructive method for determining the fission gas internal pres-

sure and gas composition without puncturing the fuel rod in a hot cell.

Rod internal pressure is a safety criterion, such as e.g. cladding corrosion, giving the range for using the fuel. These parameters constitute a fuel behaviour indicator and reflect the overall fuel performance. Their knowledge is also required to validate engineering code simulations. These data are currently assessed in hot cells.

Obviously, pressure and gas composition are correlated. Gas composition gives information on the fission noble gasses release within the fuel rod free volumes (helium, krypton and xenon) [3], [4]. If the plenum volume is known, this technique allows a direct gas release inventory. Such information is indeed required in validating the engineering simulation codes [5].

Our method for pressure measurement has been developed since 1993. It consists in injecting an acoustic pulse in the fuel rod through the cladding and in analysing the signal received by the transducer after a back and forth path of the sound wave through the gas [6]. The exploitation of experimental signal remained difficult at this first stage because of the weak amplitude of acoustic signals. Signal amplitude weakness was then linked to the use of a plane transducer coupled through a quarter wavelength ( $\lambda_0/4$ ) layer of water. In a second PhD work [7], the sensor used had the shape of a tile coupled to the rod. The performances were clearly improved and allowed to assess the gas composition [8]. The device, however, had no efficiency when a spring was inserted in the tube, but only for empty tubes (not filled with a hold-on spring). Though the system did not fit with actual fuel tubes, these works demonstrated the feasibility of performing the measurements and established the basis for the related signal processing [9].

One physical limit stems from the reduced acoustic impedance of the filling gas when compared with the zircaloy tube one; this induces strong signal losses by multiple wave reflections. The second handicap comes from the presence of the spring, which diffracts acoustic waves with additional random contacts with the cladding and reduces the amplitude of gas resonances. For this reason the design of the sensor has been drastically revised and signal processing strongly improved. The new sensor uses a different coupling method with the tube and excites gas resonance in a larger spectral range, which allows a different signal processing. Contrary to standard methods, which use  $\lambda/4$ -matching layers, we propose a  $\lambda/2$ -matching layer offering the best compromise in effi-

Manuscript received October 10, 2012; revised March 20, 2013; accepted May 15, 2013. Date of publication June 19, 2013; date of current version August 14, 2013.

J. Y. Ferrandis, E. Rosenkrantz, and G. Lévêque are with the Southern Electronic Institute, CNRS-University Montpellier 2, UMR 5214, Montpellier, France.

D. Baron is with the EDF, R&D, Moret sur Loing, France.

J. C. Segura is with the EDF, SEPTEN, Villeurbanne, France.

G. Cécilia is with the EA Nuclear Energy Direction, Fuel Studies Department, Saint Paul Lez Durance, France.

O. Provitina is with the CEA Nuclear Energy Direction, Fuel Studies Department, Saint Paul Lez Durance, France.

Color versions of one or more of the figures in this paper are available online at <http://ieeexplore.ieee.org>.

Digital Object Identifier 10.1109/TNS.2013.2264111