

12

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 26.02.17.

30 Priorité :

43 Date de mise à la disposition du public de la
demande : 31.08.18 Bulletin 18/35.

56 Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

60 Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

○ Demande(s) d'extension :

71 Demandeur(s) : LABOURET STEPHANE — FR et
FROHLY JACQUES — FR.

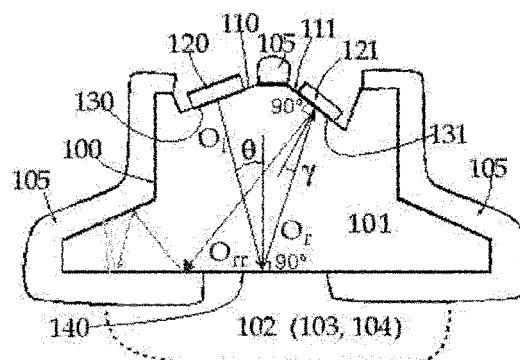
72 Inventeur(s) : LABOURET STEPHANE et FROHLY
JACQUES.

73 Titulaire(s) : LABOURET STEPHANE, FROHLY
JACQUES.

74 Mandataire(s) : LABOURET STEPHANE.

54 **SONDE ULTRASONORE POUR LA MESURE DE COEFFICIENTS DE REFLEXION ET METHODE ASSOCIEE
POUR DETERMINER LES PROPRIETES MECANQUES DE MILIEUX INITIALEMENT LIQUIDES OU MOUS ET
LEURS EVOLUTIONS.**

57 L'invention concerne une sonde pour mesurer des coefficients de réflexion en incidences obliques dans le cas d'une émission d'onde continue qui a l'avantage de simplifier notablement l'électronique. L'invention propose une méthode associant les mesures de plusieurs coefficients de réflexion et leurs incertitudes à un procédé d'exploitation conduisant aux propriétés mécaniques du milieu. La sonde est constituée d'un solide plein (100) équipé d'un dispositif d'émission (120) produisant une onde incidente (O_i) qui est réfléchi sur une interface plane du milieu étudié (104), l'onde réfléchi (O_r) frappe la surface de réception (111) sous un angle d'incidence γ non nul. L'onde réfléchi sur le dispositif de réception est éliminée par des réflexions multiples sur les parois de la sonde recouvertes d'un milieu absorbant (105).



**SONDE ULTRASONORE POUR LA MESURE DE COEFFICIENTS DE REFLEXION ET
METHODE ASSOCIEE POUR DETERMINER LES PROPRIETES MECANIQUES DE MILIEUX
INITIALEMENT LIQUIDES OU MOUS ET LEURS EVOLUTIONS**

5 La présente invention concerne un dispositif de mesure et une méthode associée d'exploitation des données obtenues permettant de déterminer des valeurs caractéristiques des propriétés mécaniques d'un milieu initialement liquide ou suffisamment mou pour venir en contact avec une surface plane puis de suivre en temps réel leurs évolutions lors de changements d'état physico-chimique de ce milieu. Les paramètres obtenus sont les célérités de propagation des ondes
10 acoustiques longitudinale et transversale dans le milieu, ainsi que la masse volumique. Ces 3 paramètres réunis sont reliés aux propriétés mécaniques du milieu et à son évolution, notamment par le module d'Young et le module de cisaillement.

Cela concerne par exemple le suivi de la prise des ciments et bétons, avant le décoffrage, qui est à l'origine des travaux ayant conduit à l'invention [LAB 98].

15 L'invention s'applique à tous les milieux, initialement liquides ou mous, dont les caractéristiques mécaniques évoluent au cours du temps par exemple les colles, mousses, polymères, dépôts sédimentaires de matière, fromages, yaourts, fluides thixotropes. L'invention s'applique également à la mesure des propriétés mécaniques des milieux mous comme les tissus et revêtements, peaux, épidermes, l'élasticité des parois : vaisseaux, tissus, artères, muscles.

20

État de l'art

Les méthodes existantes actuellement fournissent des informations partielles sur les propriétés mécaniques des milieux liquides ou mous. Par exemple, certaines méthodes déterminent une seule propriété mécanique : la pointe de Vicat détermine la dureté des ciments, les rhéomètres mesurent
25 la contrainte de cisaillement et la vitesse de cisaillement pour obtenir la viscosité. Elles rencontrent en général des limitations lorsque le milieu passe de l'état liquide vers l'état solide. D'autre part le module d'Young n'est pas mesuré.

Les ondes acoustiques se prêtent bien à des mesures tant en milieux liquides que solides.

Une première classe de méthodes consiste à faire traverser les ondes acoustiques dans le milieu
30 étudié entre un émetteur et un récepteur. Ces méthodes ne peuvent déterminer que les célérités des ondes. Cette solution est de plus limitée aux ondes longitudinales pour les liquides qui ne permettent pas la propagation des ondes transversales. Appliquées au suivi de la prise du ciment [CAN 90 SAY 93 GAR 95 BOU 95], les mesures en ondes transversales ne commencent qu'après la formation d'un réseau solide. Ces méthodes ne fournissent pas la masse volumique. Elles
35 permettent par contre d'obtenir l'atténuation des ondes dans les milieux.

Une seconde classe de méthodes acoustiques pour la caractérisation des milieux matériels utilise des mesures basées sur l'étude des vibrations, parfois résonantes, d'un solide au contact avec le

milieu étudié en ondes longitudinales [PRU 98, CRO 99] ou avec des ondes transversales dont les vibrations sont parallèles à la surface au contact du milieu étudié [NOM 82, TOZ 92, TES 93, OUL 06]. Dans ces méthodes, seules deux propriétés du milieu au maximum peuvent être appréhendées par l'étude de l'impédance électrique du transducteur qui émet l'onde : soit la viscosité et la masse volumique, soit le module de cisaillement et la masse volumique.

Il existe également plusieurs méthodes de mesure de la viscosité basées sur les variations de l'impédance électrique d'un transducteur, soit directement en contact avec le liquide, soit par l'intermédiaire d'un solide [MAS 47-1, MCS 52, BAR 61, GLO 68, MAS 47-2, MAS 49, MCS 67, DEB 97]. La déformation peut être soit une torsion pour un cylindre, soit un mouvement tangentiel pour une surface plane. Dans le cas d'une ligne à retard avec une interface plane, deux capteurs sont parfois nécessaires si la mesure est faite en incidence oblique. Dans ce cas, il s'agit d'ondes transversales pour lesquelles l'oscillation se fait dans le plan de l'interface, et qui ne provoque pas de conversion de mode d'onde (transversale-longitudinale) à la réflexion [BAR 61, RIC 87, HOU 91].

Une troisième classe de méthodes acoustiques est basée sur la mesure de coefficients de réflexion à l'interface entre un solide de référence et le milieu étudié. La réflexion peut être en incidence normale [SHA 00], avec la mesure du déphasage à la réflexion, d'une transversale dont la vibration est parallèle à l'interface.

Pour le suivi de la prise du ciment, la méthode dite du barreau consiste à mesurer la réflexion d'une onde longitudinale se propageant dans un barreau plongé dans le ciment. Elle est basée à la fois sur les réflexions des ondes sur l'extrémité du barreau en incidence normale et sur les parois latérales du barreau qui s'accompagnent de conversion de mode longitudinale-transversale des ondes réfléchies. Les résultats ne fournissent aucune valeur caractéristique des propriétés du milieu étudié, mais une évolution relative de l'amplitude du signal acoustique recueilli [BEL 92]. Cette méthode a fait l'objet d'un brevet [PEL 83].

Greenwood *et al.* [GRE 98, GRE 99, GRE 00] proposent un concept de densitomètre ultrasonore destiné aux fluides. Typiquement, le densitomètre est constitué d'un solide massif comportant plusieurs surfaces planes parallèles ou non qui, à l'exception de l'interface entre le solide et le milieu étudié, sont équipées de couples de transducteurs ultrasonores émetteur et récepteur qui permettent chacun la mesure d'un coefficient de réflexion sous un angle d'incidence déterminé, normal ou oblique. Les mesures sont faites avec des émissions d'onde de courte durée. La mesure en incidence normale, lorsqu'elle est envisagée, est faite en onde longitudinale ou transversale. La masse volumique et une célérité d'onde dans le milieu sont obtenues à partir d'une expression analytique issue d'hypothèses simplificatrices. Comme l'indique le nom, leur dispositif est essentiellement tourné vers la mesure de la masse volumique, en particulier pour des liquides. Les auteurs remarquent, et revendiquent la possibilité de déterminer les célérités des ondes longitudinale et transversale ainsi que la masse volumique du milieu étudié à partir de 3 mesures de coefficients de réflexion selon 3 d'angles d'incidences différents. Ils ne précisent toutefois pas la

méthode pour accéder aux propriétés recherchées à partir de ces mesures. En fait, comme cela sera précisé plus loin, la mesure de 3 coefficients de réflexion distincts n'est pas suffisante pour déterminer ces 3 paramètres de manière univoque.

Toutes ces méthodes existantes, et particulièrement celles qui utilisent la mesure de coefficients de réflexion, s'appuient sur des hypothèses simplificatrices pour leur exploitation. L'utilisation d'hypothèses simplificatrices évite d'avoir à traiter les systèmes d'équations non linéaires décrivant ces réflexions avec, pour conséquence, de ne pas pouvoir déterminer les 3 paramètres : célérités des ondes longitudinale et transversale et masse volumique.

Par ailleurs la résolution de ces systèmes d'équations est difficile. En effet, en plus de la taille du système qui requiert un traitement numérique, elle conduit souvent à des solutions instables lorsque des valeurs théoriques sont remplacées par des valeurs expérimentales entachées d'une marge d'erreur.

L'utilisation de courtes émissions d'onde comme décrit dans les travaux de Greenwood *et al.* impose de gérer ces émissions mais aussi le fenêtrage temporel pour mesurer l'amplitude aux bornes du dispositif de réception aux instants appropriés. Cela requiert un dispositif électronique élaboré. En particulier, cela nécessite qu'un convertisseur analogique-numérique numérise la forme du signal électrique pour en calculer son amplitude. Avec une onde dont la fréquence est comprise entre un et plusieurs MégaHertz, il faut un convertisseur rapide et précis en amplitude, ce qui est relativement onéreux.

L'invention présentée consiste en une sonde dont la géométrie permet de faire la mesure d'un coefficient de réflexion avec une onde acoustique émise en continu. L'usage d'une onde continue simplifie le traitement des signaux électriques dont l'amplitude peut être obtenue avec un simple circuit redresseur de tension, qui sera de préférence sans seuil aux bornes du transducteur récepteur pour opérer sur de faibles tensions. La tension redressée est, une fois lissée par filtrage, convertie en une valeur numérique par un convertisseur analogique-numérique de tension. La fréquence d'échantillonnage ne nécessite en général pas de valeur supérieure à 20 kHz, ce qui permet d'utiliser des convertisseurs peu onéreux du marché qui sont destinés à la numérisation de signaux électriques de type audio. De plus, l'électronique est utilisable quelque soit la taille de la sonde utilisée, sans nécessiter, une reconfiguration de la gestion de la synchronisation des émissions et des réceptions des signaux, et l'interface qu'elle requiert.

D'autre part, nous associons ce type de sonde à une méthode originale de traitement des données expérimentales permettant de contourner les difficultés de résolution des systèmes d'équations décrivant les réflexions des ondes en prenant en compte les incertitudes sur les différentes mesures de coefficients de réflexion de manière à transformer ce système d'équations en un système d'inéquations.

Liste des figures

La figure 1 présente un dispositif classique pour une sonde destinée à la mesure d'un coefficient de réflexion d'une onde acoustique à l'interface plane entre 2 milieux, avec un dispositif d'émission et un dispositif de réception.

- 5 La figure 2 donne un exemple de dispositif dans lequel l'onde réfléchie frappe la surface de réception avec un angle gamma (γ) non nul qui évite la formation d'une onde stationnaire.

La figure 3 reprend le schéma des figures 1 et 2, avec en traits gris épais les limites d'une sonde dans laquelle l'onde réfléchie est normale à la surface de réflexion, avec en traits noirs épais les limites de la sonde dans laquelle l'onde réfléchie présente un angle d'incidence gamma (γ) avec la surface de réception ; la partie en pointillés est un repliement partiel de la sonde pour visualiser les angles utiles à la détermination de la condition γ_c sur l'angle gamma.

La figure 4 présente un exemple de réalisation d'une sonde qui permet l'atténuation complète de l'onde réfléchie en réception (Orr).

- La figure 5 présente un exemple de sonde qui permet de mesurer 3 coefficients de réflexion selon 3 angles d'incidence sur la même interface de réflexion avec une atténuation complète de chacune des ondes réfléchies en réception. La figure 5a présente les coupes pour chacun des couples de dispositif d'émission et de réception, la figure 5b présente la vue de dessus.

La figure 6 présente un modèle classique de réalisation d'une sonde qui permet la mesure du carré d'un coefficient de réflexion, avec dans ce cas précis un angle d'incidence de 45 degrés.

- 20 La figure 7 présente un modèle de sonde pour la mesure du carré d'un coefficient de réflexion qui a l'avantage d'être compact, avec un angle gamma (γ) non nul qui permet d'une part d'éviter la formation d'une onde stationnaire et d'autre part d'assurer une atténuation complète de l'onde réfléchie en réception (Orr). La figure 7a présente le profil de la sonde et la figure 7b une vue de dessus ; par souci de lisibilité le milieu absorbant (105) n'est pas repris systématiquement dans les 25 figures 7.

La figure 8 décrit la réflexion d'une onde incidente longitudinale sur une interface plane entre 2 milieux et les ondes qui en sont issues.

- La figure 9 illustre graphiquement la structure de nappes que prennent les solutions du système d'équations décrivant une réflexion d'onde lorsque les célérités des ondes longitudinale et transversale ainsi que la masse volumique du milieu étudié (104) sont recherchées en connaissant un seul coefficient réflexion ; localisation des solutions multiples avec la mesure de 3 coefficients de réflexions distincts par leurs angles d'incidence.

La figure 10 illustre l'utilisation de la sonde de la figure 7 qui n'exploite qu'une seule interface de réception afin de mesurer un coefficient de réflexion.

- 35 La figure 11 présente les évolutions des coefficients de réflexion dans le temps pour les 2 sondes utilisées lors de l'évaluation expérimentale de l'invention appliquée au suivi de la prise du ciment.

La figure 12 présente les évolutions des célérités des ondes longitudinale et transversale dans le ciment au cours de sa prise, évolutions obtenues à partir de la mesure des coefficients de réflexion de la figure 11 et d'une mesure de la masse volumique du ciment en fin de prise.

- 40 La figure 13 rend compte de la sensibilité de la méthode vis-à-vis de variation la masse volumique de ciment pour déterminer le moment de la prise du ciment.

Description détaillée de l'invention.

Description d'une sonde pour la mesure d'un coefficient de réflexion en incidences obliques 5 avec une onde émise en continu.

Un exemple de réalisation classique d'un dispositif pour mesurer un coefficient de réflexion d'une onde acoustique sous incidence oblique est rappelé figure 1. Un solide de référence (100), fait dans un matériau solide de référence (101) présente une surface plane (110), dite surface d'émission, qui est couplée acoustiquement sur une certaine aire (130), dite aire d'émission, de la surface
10 d'émission, par collage ou soudage ou par l'intermédiaire d'un milieu de couplage, à un dispositif électro-mécanique (120), dit dispositif d'émission. Le dispositif d'émission produit une vibration qui induit dans le solide de référence (100) une onde acoustique incidente (O_i), longitudinale ou transversale, dont l'amplitude est proportionnelle à l'amplitude U_e liée à la tension du signal électrique qui alimente les bornes du dispositif d'émission. L'onde incidente se propageant selon
15 une incidence normale à la surface d'émission, l'angle d'incidence sur l'interface de réflexion est déterminé par l'orientation relative de la surface de réception et de l'interface de réflexion.

L'onde incidente percute en incidence oblique, selon un angle d'incidence θ (dit angle principal d'incidence, une surface plane de la sonde, dite interface de réflexion (140), en contact avec un milieu de réflexion (102) qui peut être le milieu étudié (104) ou un milieu d'étalonnage du
20 dispositif (103) dont les propriétés sont connues.

L'onde réfléchie de même type, longitudinale ou transversale, que l'onde incidente atteint une surface plane (111), dite surface de réception. Ladite surface de réception est couplée acoustiquement à un second dispositif électro-mécanique, dit dispositif de réception (121), sur une aire, dite aire de réception (131). Ledit dispositif de réception fournit à ses bornes un signal
25 électrique dont l'amplitude U_r est proportionnelle à l'amplitude de l'onde réfléchie (O_r) qui frappe ladite aire de réception.

Le coefficient de réflexion dont on cherche la mesure est défini par le rapport de l'amplitude de l'onde réfléchie sur l'amplitude de l'onde incidente.

L'atténuation mesurée par le rapport U_r/U_e n'est pas une mesure du coefficient de réflexion car ce
30 rapport résulte également de différentes dissipations énergétiques et des rendements non idéaux des dispositifs d'émission et de réception, cet ensemble constituant l'atténuation propre de la sonde, A_{sonde} . Un étalonnage est nécessaire pour déterminer cette atténuation propre.

Ledit étalonnage consiste à mesurer le rapport U_r/U_e en présence d'un milieu d'étalonnage (103) dont les propriétés sont connues, rapport qui est divisé par le coefficient de réflexion r_{Lth} calculé
35 théoriquement avec le système d'équations décrivant la réflexion de l'onde et utilisant les propriétés connues des 2 milieux, soit finalement : $A_{sonde} = (U_r/U_e)/r_{Lth}$.

En présence du milieu étudié (104), le coefficient de réflexion r_L est obtenu en divisant le rapport des tensions U_r/U_e par A_{sonde} , soit : $r_L = (U_r/U_e)/A_{sonde}$.

Dans les méthodes utilisées traditionnellement, ladite onde réfléchie (O_r) frappe ladite aire de réception (131) sous incidence normale, car cela assure au dispositif de réception (121) la sensibilité
5 maximum du capteur à ladite onde réfléchie.

Cependant, dans ce cas, l'onde, dite onde réfléchie en réflexion (O_{rr}), renvoyée par la surface de réception (111) est de même nature que ladite onde réfléchie (O_r). Cette onde retourne vers l'interface de réception (140) en suivant le même chemin que l'onde réfléchie et entame plusieurs aller-retours entre lesdites surfaces de réception et d'émission ce qui crée une onde stationnaire
10 plane. La mesure du coefficient de réflexion n'est alors plus assurée puisque ladite onde incidente (O_i) et de ladite onde réfléchie (O_r) n'existent plus en tant qu'ondes progressives.

C'est la raison qui impose, pour cette procédure, d'opérer avec des ondes émises sur des durées suffisamment courtes pour que la mesure de l'amplitude de ladite onde réfléchie qui atteint le dispositif de réception soit achevée avant le début de la formation d'une onde stationnaire. Cela
15 conduit ainsi à gérer les courtes émissions et le fenêtrage temporel pour mesurer l'amplitude aux bornes du dispositif de réception aux instants appropriés, en utilisant un dispositif électronique adéquate. En particulier, la réception de l'onde électrique se fait à travers d'un convertisseur analogique-numérique qui numérise la forme du signal électrique pour en calculer son amplitude. Avec une onde dont la fréquence est de 1 à plusieurs MégaHertz, il faut un convertisseur rapide et
20 précis en amplitude ce qui est onéreux.

Pour s'affranchir de ce dispositif électronique, les mesures peuvent être faites avec une émission continue de l'onde, c'est cette dernière approche que nous privilégions dans cette invention. Afin d'éviter la formation de l'onde stationnaire, ladite surface de réception (111) doit être orientée de manière à recevoir l'onde réfléchie (O_r) selon un angle d'incidence γ non nul, dit angle
25 d'incidence en réception, afin que l'onde réfléchie en réception (O_{rr}) ne reparte pas vers le dispositif émetteur par le même chemin que ladite onde réfléchie et ladite onde incidente.

La figure 2 présente un exemple de réalisation d'un tel type de sonde. L'angle d'incidence en réception peut être dans le plan de propagation des dites ondes incidente et réfléchie, mais il peut aussi être orienté pour sortir ladite onde réfléchie en réception du dit plan de propagation.

Il faut également concevoir la sonde pour qu'aucune autre onde que celle venant directement du dispositif d'émission après réflexion sur l'interface de réflexion (c'est-à-dire ladite onde réfléchie) ne vienne frapper le dispositif de réception. Ces ondes qui pourraient perturber la mesure de l'amplitude de l'onde réfléchie (O_r) sont les ondes subsistantes de l'onde réfléchie en réflexion (O_{rr}) après une ou plusieurs réflexions sur des parois du solide de référence. L'onde réfléchie en
35 réflexion doit être dirigée vers une partie de la sonde qui assure que son amplitude soit suffisamment atténuée pour qu'une onde issue de l'onde réfléchie en réflexion qui viendraient frapper ladite aire de réception ne puisse pas être détectée par le dispositif de réflexion.

Pour arriver à ce résultat, la première condition est que l'onde issue de ladite onde réfléchie en réception après un aller-retour jusqu'à la surface d'émission n'atteigne pas une seconde fois l'aire de réception. La configuration correspondante doit être telle que, lors du premier retour de ladite onde réfléchie en réception sur la surface de réception, le premier minimum d'intensité de l'onde
5 qui borde le lobe central soit centré sur l'aire de réception ou au-delà de l'aire de réception.

La figure 3 représente le parcours d'un des deux minima d'intensité qui bordent le lobe central de diffraction, depuis le bord du dispositif d'émission (120) en $x=-a/2$, en passant par les points M, N et P. Le schéma utilise un repliement partiel de la surface de réception (111) autour de l'interface de réflexion (140) pour faciliter l'établissement des relations qui suivent. Les traits en gris représentent
10 les limites du solide de référence dans le cas où l'onde réfléchie (Or) arrive sous incidence normale sur la surface de réception ($\gamma=0$). Les traits épais en noir représentent les limites de la sonde considérée ; les pointillés épais, ainsi que les flèches en pointillés, montrent les parcours des rayons acoustiques dans la zone de repliement. Pour que la configuration souhaitée soit réalisée, dans le cas du sens de rotation de gamma présenté dans cette figure, le point P doit avoir une abscisse
15 supérieure à $b/2$.

Pour obtenir une onde plane lors de la réflexion, la distance parcourue par l'onde incidente entre l'aire d'émission et l'interface de réflexion doit être suffisante pour former une onde plane, ce qui requiert une distance D proche ou supérieure à a^2/λ , avec « a » la dimension du transducteur et lambda (λ) la longueur d'onde dans le matériau solide de référence. L'angle alpha (α) qui
20 correspond au premier minimum d'intensité de l'onde sur le bord du lobe central de diffraction est défini par : $\sin(\alpha)=\lambda/a$. Tous les angles étant inférieurs à 30° , l'approximation $\alpha=\lambda/a$ est utilisée. Des calculs simples aboutissent à ce que le lobe central de diffraction après un aller-retour et demi entre la surface d'émission et la surface de réception, frappe la surface de réception en dehors de ladite aire de réception, de dimension « b », lorsque l'angle gamma vérifie la relation : $\gamma > \gamma_c = 3\alpha/4 +$
25 $(a+b)/(8(D+D'))$ radian, où D' est la distance parcourue par l'onde réfléchie entre l'interface de réflexion (140) et l'aire de réception (131).

A titre d'exemple, si $D=D'=a^2/\lambda$, et $\alpha=0,25$, alors $\gamma_c = 3/16 + (b+a)/(64a)$ radian. Et si de plus $a=b$, alors l'angle gamma minimum $\gamma_c = 7/32 = 0,22$ radian = $12,5^\circ$.

Ces relations fournissent un ordre de grandeur pour l'angle gamma (γ).

Pour parfaire l'extinction des ondes parasites issues de l'onde réfléchie en réception qui pourraient venir frapper l'aire de réflexion, l'onde réfléchie en réception (Orr) doit subir plusieurs réflexions sur les parois du solide de référence, de même que les ondes qui sont issues de ces réflexions, avant de revenir frapper l'aire de réception. Le recouvrement des parois du solide de référence avec un milieu absorbant (105) qui atténue les réflexions sur les parois du solide de référence favorise
30 l'atténuation de ces ondes. L'impédance acoustique du milieu absorbant (105) ne doit pas être trop différente de l'impédance acoustique du milieu de référence, de préférence entre la moitié et le

double, afin de laisser une grande partie de l'énergie des ondes pénétrer dans ce milieu absorbant, qui par exemple peut être de la cire, de caoutchouc, un gel ou un polymère comme le polyuréthane, si le milieu de référence est du plexiglas ou du plastique. Le milieu absorbant doit avoir aussi un fort coefficient d'atténuation des ondes qui s'y propagent, par ses propriétés
 5 d'absorption propres, et éventuellement aussi par la présence de particules qui assurent une diffraction/diffusion multiple importante de l'onde au point de la disperser complètement, par exemple des particules dont la vibration radiale est résonante dans le milieu absorbant à la fréquence acoustique utilisée. Dans ces conditions, après quelques réflexions sur la paroi du solide, l'amplitude de l'onde résiduelle est de l'ordre de 1% de l'amplitude de ladite onde réfléchie en
 10 réflexion.

La figure 4 présente un exemple de réalisation de sonde ayant une géométrie assurant l'atténuation de l'onde réfléchie en réflexion (Orr).

Les mesures des coefficients de réflexion distincts peuvent être obtenues dans différents milieu de référence, avec plusieurs sondes. Cependant, l'usage d'une seule sonde, avec une seule interface de
 15 réflexion est préférable pour de reproductibilité. Les coefficients de réflexion mesurés se distinguent alors seulement par les angles d'incidences ou/et par la nature de l'onde incidente, longitudinale et transversale et/ou éventuellement l'orientation de la vibration de l'onde transversale. Un exemple de réalisation d'une sonde unique permettant la mesure de plusieurs coefficients de réflexion avec des angles d'incidence distincts avec un seul solide de référence est
 20 proposé, en coupes à la figure 5a et en vue de dessus à la figure 5b.

La mesure du carré du coefficient de réflexion est plus sensible aux variations dans le temps des propriétés du milieu étudié. Cette mesure est réalisée en introduisant dans la sonde une seconde interface de réflexion (141) en contact avec le milieu étudié entre le dispositif d'émission et de réflexion. Ladite onde réfléchie frappe cette seconde interface de réflexion sous le même angle
 25 d'incidence que ledit angle principal d'incidence. L'onde réfléchie par cette seconde interface de réflexion, dite seconde onde réfléchie (Or2), va alors frapper la surface de réception sous ledit angle d'incidence gamma (γ) non nul. La figure 6 présente un premier exemple de réalisation d'une sonde pour la mesure du carré du coefficient de réflexion qui a été utilisé précédemment [LAB 98].

Le minimum requis pour l'angle gamma (γ) s'écrit pour cette géométrie :
 30 $\gamma > \gamma_b = 3\alpha/4 + (a+b)/(8(L+L'+L''))$ radian où L est la distance parcourue par ladite onde incidente (Oi) entre l'aire d'émission (130) et l'interface de réflexion (140), L' la distance parcourue par ladite onde réfléchie (Or) entre l'interface de réflexion (140) et la seconde interface de réflexion (141) et L'' la distance parcourue par ladite seconde onde réfléchie (Orr) entre la seconde interface de réflexion (141) et l'aire de réception (131).

Le procédé d'étalonnage d'une telle sonde est similaire à celui qui est décrit pour une sonde mesurant le coefficient de réflexion, en remplaçant le coefficient de réflexion r_{Lth} calculée par $(r_{Lth})^2$. L'atténuation propre de la sonde est : $B_{sonde} = (U_r/U_e)/(r_{Lth})^2$. Le résultat d'une mesure est : $r_L^2 = (U_r/U_e)/B_{sonde}$. Ce type de sonde est propice à une immersion dans le milieu étudié.

- 5 Les figures 7a et 7b présentent, respectivement en vue de profil et en vue de dessus, une réalisation plus compacte et préférée à celle de la figure 6, d'un tel dispositif. Sur les figures 7a et 7b, le milieu absorbant (105) et le milieu étudié (104) ne sont pas représentés complètement sur la sonde dans chacune de figure dans un souci de lisibilité.

Ladite onde réfléchie en réception (Orr) est dirigée vers la paroi latérale de la sonde (150)
10 recouverte de milieu absorbant (105). Dans cet exemple de réalisation, ladite onde réfléchie en réception, ainsi que les ondes qui en sont issues subiront des réflexions sur les 4 parois (140, 141, 150, 151) séparées par de courtes distances de propagation dans le solide de référence, ce qui permet une forte atténuation de cette onde et de celles qui en sont issues dans un volume réduit. C'est le modèle de réalisation préféré.

15

Présentation de la méthode pour déterminer les paramètres recherchés.

Une onde incidente (Oi), qui à titre d'exemple est longitudinale sur la figure 8, frappe une interface plane entre 2 milieux. Les flèches représentent chacune un rayon d'une onde acoustique. Ladite onde incidente produit une onde longitudinale en réflexion (OrL) et en transmission (OtL), et une
20 onde transversale en réflexion (OrT) et en transmission (OtT). L'angle d'incidence de l'onde incidente, θ_i , et les angles de réflexion θ_r et de transmission θ_t des ondes respectivement réfléchies et transmises sont reliés par les relations de Snell-Descartes. Les propriétés mécaniques du milieu 1, qui est le matériau solide de référence, sont supposées connues.

Des quatre ondes issues de l'interface, seul l'angle de réflexion de l'onde réfléchie qui est de même
25 nature, longitudinale ou transversale, que l'onde incidente est toujours déterminé et est égale à θ_i . Les 3 autres ondes ont des angles de réflexion ou de réfraction qui dépendent des propriétés du milieu 2 que l'on cherche à déterminer. C'est pourquoi le coefficient de réflexion r qui correspond à l'onde réfléchie de même nature, longitudinale ou transversale, que l'onde incidente est mesuré de préférence. Dans l'exemple de la figure 8, c'est le coefficient de réflexion r_L de l'onde longitudinale.

30 La théorie modélise le comportement de la collision d'une onde sur une interface plane de 2 milieux de propriétés différentes en considérant les coefficients de réflexion et transmission mais aussi ces coefficients de conversion de mode en réflexion et transmission.

Le modèle général se présente comme un système d'équations qui est obtenu en égalant les déplacements et les contraintes dans les 2 milieux à leur interface.

- 35 A titre d'exemple, pour une interface solide-solide et une onde incidente longitudinale, le modèle associé (Knott, 1889) s'écrit sous la forme matricielle $M_L \cdot X_L = Y_L$ avec :

$$M_L = \begin{bmatrix} \cos(\theta_{rL}) & -\sin(\theta_{rT}) & \cos(\theta_{tL}) & -\sin(\theta_{tT}) \\ -\sin(\theta_{rL}) & -\cos(\theta_{rT}) & \sin(\theta_{tL}) & \cos(\theta_{tT}) \\ -(\lambda_1 + 2\mu_1 \cos^2(\theta_{rL})) & \mu_1 \frac{c_{1L}}{c_{1T}} \sin(2\theta_{rT}) & \frac{c_{1L}}{c_{2L}} (\lambda_2 + 2\mu_2 \cos^2(\theta_{tL})) & -\mu_2 \frac{c_{1L}}{c_{2T}} \sin(2\theta_{tT}) \\ \mu_1 \sin(2\theta_{rL}) & \mu_1 \frac{c_{1L}}{c_{1T}} \cos(2\theta_{rT}) & \mu_2 \frac{c_{1L}}{c_{2L}} \sin(2\theta_{tL}) & \mu_2 \frac{c_{1L}}{c_{2T}} \cos(2\theta_{tT}) \end{bmatrix};$$

$$X_L = \begin{bmatrix} r_L \\ r_T \\ t_L \\ t_T \end{bmatrix}; Y_L = \begin{bmatrix} \cos(\theta_i) \\ \sin(\theta_i) \\ \lambda_1 + 2\mu_1 \cos^2(\theta_i) \\ \mu_1 \sin(2\theta_i) \end{bmatrix};$$

où c désigne une célérité d'onde, l'indice 1 fait référence aux valeurs associées au matériau de référence qui supporte les transducteurs ; l'indice 2 au milieu étudié, l'indice L aux ondes longitudinales, l'indice T aux ondes transversales, r à la réflexion et t à la transmission. λ est le premier coefficient de Lamé, μ le second coefficient de Lamé. Ils sont reliés aux célérités longitudinale et transversale des ondes et à la masse volumique dans chacun des milieux : $\mu = \rho c_T^2$ où ρ est la masse volumique, $\lambda = \rho (c_L^2 - 2c_T^2)$; la connaissance de la célérité de l'onde transversale permet d'obtenir le module de cisaillement (μ) pour un solide ; pour un liquide visqueux les contraintes de cisaillement ont pour origine la viscosité de cisaillement qui s'écrit $\eta = \rho c_T^2 / (2\omega)$ avec ω est la pulsation de l'onde et $\omega = 2\pi f$ avec f la fréquence de l'onde incidente. Le module d'Young du milieu étudié s'exprime en fonction des deux coefficients de Lamé λ et μ par l'expression $(3\lambda + 2\mu)\mu / (\lambda + \mu)$.

Le vecteur X_L contient les coefficients de réflexion r_L et de transmission t_L de l'onde longitudinale et les coefficients de conversion de l'onde longitudinale en onde transversale en réflexion r_T et en transmission t_T .

Lorsque la masse volumique et les célérités des ondes longitudinale et transversale sont connues pour les deux milieux de part et d'autre de l'interface, la résolution du système d'équations donne comme solution les 4 coefficients de réflexion du vecteur X_L .

Si, dans ce système, on ne connaît pas les propriétés du milieu 2 qui sont recherchées et qu'on introduit le coefficient de réflexion r_L mesuré, on constate qu'il n'y a pas assez d'équations pour déterminer les inconnues de manière univoque.

Le système de 4 équations qui décrit la réflexion dans laquelle a été mesuré un premier coefficient r_{L1} contient les 3 inconnues recherchées, les 2 célérités d'ondes et la masse volumique du milieu étudié, et 3 inconnues r_T , t_L et t_T , qui ne sont pas déterminées expérimentalement comme c'est le cas pour r_{L1} . Il manque 2 équations pour pouvoir résoudre le système.

Si un deuxième coefficient de réflexion r_{L2} est mesuré, dans des conditions de réflexion différentes du premier, le système d'équations qui décrit la réflexion dans ces conditions apporte 4 nouvelles équations mais seulement 3 inconnues, les coefficients de réflexion du vecteur X qui ne sont pas

déterminés par la mesure. Il manque encore au moins une équation pour déterminer les inconnues recherchées.

Pour les mêmes raisons que pour la détermination du deuxième coefficient de réflexion, la mesure d'un troisième coefficient de réflexion obtenu dans des conditions de réflexion différentes des 2 premiers ajoute une équation de plus que d'inconnues, pour avoir au total autant d'équations que d'inconnues, 12 équations et 12 inconnues.

En vue de résoudre ce système de 12 équations et 12 inconnues, on examine d'abord le cas où on dispose de la mesure d'un coefficient de réflexion et du système de 4 équations qui décrit la réflexion dans laquelle est mesuré ce coefficient de réflexion. Les solutions du système de 4 équations dans lequel est intégrée la mesure expérimentale de ce coefficient de réflexion sont décrites par une surface dans l'espace des célérités et de la masse volumique du milieu 2.

Ces solutions se répartissent sur 2 nappes de formes proches mais décalées, comme le montre la figure 9. Cette recherche des solutions renouvelée pour 3 coefficients de réflexion distincts associés à leurs systèmes d'équations respectifs donne en tout 6 nappes comme le représente la figure 9, avec des couleurs différentes (blanc, gris clair, gris sombre) pour les nappes correspondantes aux différents conditions de réflexion, qui diffèrent ici par les angles d'incidence.

La figure 9 a été construite à partir de coefficients de réflexion déterminés par le calcul pour un milieu 2 donné, afin de simuler la mesure des coefficients de réflexion sur un même milieu. Les solutions du système complet d'équations (12 équations) sont les intersections de 3 nappes appartenant respectivement à la solution d'un des sous-systèmes associés à un coefficient de réflexion.

On constate, dans cet exemple, la multiplicité des solutions (entourées par les cercles figure 9), qui est due à la non-linéarité des équations du système. Plusieurs solutions peuvent exister, mais toutes ne seront pas nécessairement acceptables physiquement selon la nature du milieu étudié.

Dans le cas général, pour déterminer une solution unique pour les célérités des ondes longitudinale et transversale ainsi que la masse volumique dans le milieu 2, il faut mesurer au minimum 4 coefficients de réflexion en incidences obliques.

Le système d'équations intégrant des valeurs expérimentales contenant des imprécisions, sa résolution ne peut pas être directe car elle n'est pas stable vis-à-vis de ces imprécisions expérimentales et les solutions obtenues divergent. La méthode de résolution proposée ci-dessous permet de surmonter ces difficultés.

Graphiquement, les imprécisions des mesures rendent peu probables que 3 nappes se coupent en 1 seul point. Il faut donner à ces nappes une épaisseur de manière à ce qu'elles se croisent sur des volumes afin de compenser les incertitudes expérimentales. Pour cela, on introduit dans la résolution du système d'équations une incertitude $\pm \delta_{r_L}$, estimée expérimentalement ou non, sur les mesures des coefficients de réflexion afin de former des intervalles de mesure $[r_L - \delta_{r_L}, r_L + \delta_{r_L}]$.

A partir de ces intervalles, le système d'équations est transformé en un système d'inéquations, avec pour solution des intervalles solutions pour les célérités et la masse volumique.

Ces intervalles solutions sont cherchés numériquement. Les valeurs du coefficient de réflexion sont calculées théoriquement dans les conditions de mesure du coefficient expérimental, en fonction de la masse volumique et des célérités des ondes, aux nœuds d'un quadrillage dans l'espace des valeurs possibles de ces trois grandeurs pour le milieu étudié. Ensuite, ne sont conservés comme solutions, que les nœuds dont le coefficient de réflexion calculé se trouve dans l'intervalle $[r_L - \delta_{rL}, r_L + \delta_{rL}]$; les coordonnées de ces nœuds appartiennent à la solution. L'opération est menée pour chaque coefficient de réflexion mesuré. L'algorithme de la méthode d'exploitation des mesures est décrit précisément plus loin.

La méthode fonctionne avec la mesure de coefficients de réflexion pour des ondes incidentes longitudinales, mais elle est également valable pour des coefficients de réflexions pour des ondes transversales dont les vibrations se font dans un plan normal à l'interface. Pour une interface solide-solide, le système d'équations pour ce type d'onde transversale s'écrit sous forme :

$M_T \cdot X_T = Y_T$ avec : r_T et t_T représentant respectivement les coefficients de réflexion et de transmission de l'onde transversale ; r_L et t_L représentant respectivement les coefficients de conversion de l'onde transversale en onde longitudinale respectivement en réflexion et en transmission.

$$M_T = \begin{bmatrix} \cos(\psi_{rL}) & -\sin(\psi_{rT}) & \cos(\psi_{tL}) & -\sin(\psi_{tT}) \\ -\sin(\psi_{rL}) & -\cos(\psi_{rT}) & \sin(\psi_{tL}) & \cos(\psi_{tT}) \\ -\frac{c_{1T}}{c_{1L}}(\lambda_1 + \mu_1 \cos^2(\psi_{rL})) & \mu_1 \sin(2\psi_{rT}) & \frac{c_{1T}}{c_{2L}}(\lambda_2 + 2\mu_2 \cos^2(\psi_{tL})) & -\mu_2 \frac{c_{1T}}{c_{2T}} \sin(2\psi_{tT}) \\ \mu_1 \frac{c_{1T}}{c_{1L}} \sin(2\psi_{rL}) & \mu_1 \cos(2\psi_{rT}) & \mu_2 \frac{c_{1T}}{c_{2L}} \sin(2\psi_{tL}) & \frac{c_{1T}}{c_{2T}} \cos(2\psi_{tT}) \end{bmatrix};$$

$$X_T = \begin{bmatrix} r_L \\ r_T \\ t_L \\ t_T \end{bmatrix}; Y_T = \begin{bmatrix} -\sin(\psi_i) \\ \cos(\psi_i) \\ -\mu_1 \sin(2\psi_i) \\ \mu_1 \cos(2\psi_i) \end{bmatrix};$$

L'usage d'une onde incidente transversale dont les vibrations se font dans des plans parallèles à l'interface est aussi possible. Pour cette polarisation d'onde transversale, le système d'équations s'écrit : $M_P \cdot X_P = Y_P$ avec r_T et t_T représentant respectivement le coefficient de réflexion de l'onde transversale et le coefficient de transmission de l'onde transversale.

$$M_P = \begin{bmatrix} -1 & +1 \\ \cos(\theta_i) & \mu_2 \frac{c_{1T}}{c_{2T}} \cos(\theta_{tT}) \end{bmatrix}; \quad X_P = \begin{bmatrix} r_T \\ t_T \end{bmatrix}; Y_P = \begin{bmatrix} 1 \\ \cos(\theta_i) \end{bmatrix};$$

La méthode peut être mise en œuvre avec seulement des ondes longitudinales ou seulement des ondes transversales ou encore avec une combinaison de ces 2 types d'onde. Cependant, les ondes

transversales polarisées parallèlement à l'interface de réflexion ne produisant pas d'ondes longitudinales ni en transmission ni en réflexion, leur usage doit être accompagné de l'utilisation d'au moins une onde longitudinale ou d'une onde transversale polarisée perpendiculairement à l'interface de réflexion, pour fournir des solutions sur la célérité de l'onde longitudinale.

- 5 La méthode est utilisable lorsque le milieu étudié peut être considéré comme un solide, mais aussi lorsque le milieu utilisé est un liquide, et lors de la transition d'un solide à un liquide.

Le procédé de résolution présenté ici avec 3 coefficients de réflexion distincts est extensible sans difficulté à coefficients de réflexions supplémentaires. D'après les résultats présentés à la figure 9, il est attendu qu'un quatrième coefficient de réflexion distinct soit suffisant pour déterminer un seul
10 intervalle solution pour chacune des propriétés recherchées. Un cinquième coefficient de réflexion pourra toujours être utilisé si l'on souhaite améliorer la précision des résultats.

Avec la mesure de 3 coefficients de réflexions distincts, il est attendu plusieurs intervalles solutions pour chacune des 3 propriétés recherchées. Si l'une de ces 3 propriétés a priori recherchées est déjà connue, alors il est attendu qu'un seul intervalle solution sera déterminé pour chacune des 2 autres
15 propriétés.

Le procédé de résolution peut également être utilisé avec la mesure de seulement 2 coefficients de réflexion distincts à condition de connaître déjà l'une des 3 propriétés a priori recherchées ; dans ce cas, il est attendu plusieurs intervalles solutions pour chacune des 2 autres propriétés. La mesure de seulement 2 coefficients de réflexion avec la connaissance d'une des propriétés est utilisable par
20 exemple pour le suivi de la prise du ciment.

Description détaillée de l'algorithme associé à la méthode de résolution.

L'exploitation des mesures de plusieurs coefficients de réflexion associées à leurs incertitudes de mesure, est réalisée numériquement selon les étapes suivantes :

- 25 Un nombre n de coefficients de réflexion distincts $r_1, r_2 \dots, r_i, \dots, r_n$ ont été mesurés sur l'interface plane entre un matériau solide et le milieu étudié en utilisant un des dispositifs décrits qui permet de connaître le rapport de l'amplitude de l'onde réfléchie (O_r) sur l'amplitude de l'onde incidente (O_i) selon des conditions de mesure. Celles-ci sont caractérisées par :

- l'angle d'incidence θ de l'onde,
- 30 - le type d'onde (longitudinale ou transversale),
- le matériau solide de référence,
- pour une onde transversale, l'orientation de la vibration, perpendiculaire ou parallèle à l'interface de réflexion.

Ces différentes conditions de mesure, qui rendent les coefficients de réflexion distincts, sont
35 étiquetées $m_1, m_2 \dots m_i \dots m_n$, l'indice i correspondant à celui du coefficient de réflexion mesuré r_i . Les conditions de mesures sont connues.

Dans un premier temps les valeurs minimales (indice "min") et maximales (indice "max") des intervalles dans lesquels sont recherchées les grandeurs c_{2L} , c_{2T} et ρ_2 du milieu étudié (milieu 2) sont choisies/fixées.

En plus des bornes de ces intervalles, N-2 valeurs sont choisies dans ces intervalles, qui peuvent être uniformément réparties sur ces intervalles ; ce nombre N n'est pas nécessairement le même pour les 3 grandeurs : N_{c2L} , N_{c2T} , N_ρ . On forme ainsi 3 ensembles de valeurs :

$c_{2L,p}$ avec p appartient à $\{1,2,...,p,...,N_{c2L}-1,N_{c2L}\}$ où $c_{2L,1}=c_{2Lmin}$ et $c_{2L,N_{c2L}}=c_{2Lmax}$;

$c_{2T,q}$ avec q appartient à $\{1,2,...,q,...,N_{c2T}-1,N_{c2T}\}$, où $c_{2T,1}=c_{2Tmin}$ et $c_{2T,N_{c2T}}=c_{2Tmax}$;

ρ_k avec k appartient à $\{1,2,...,k,...,N_\rho-1,N_\rho\}$ où $\rho_1=\rho_{min}$ et $\rho_{N_\rho}=\rho_{max}$;

10 Maintenant, à l'aide des systèmes d'équations décrivant le comportement d'une onde d'incidence oblique rencontrant une interface plane entre 2 milieux, on calcule pour chaque condition de réflexion utilisée expérimentalement les coefficients de réflexions pour toutes les combinaisons possibles ($c_{2L,p}$, $c_{2T,q}$, ρ_k) et ils sont regroupés dans n tenseurs $R_{pqk}(m_n)$ de dimension $N_{c2L} \times N_{c2T} \times N_\rho$. Ces tenseurs sont conservés en mémoire.

15 Une fois connues les valeurs expérimentales r_n des coefficients de réflexion selon les différentes conditions de réflexion, il faut encore estimer/choisir l'amplitude des incertitudes δr_n qui peuvent être différents.

Un tenseur Res de même dimension que les $R_{pqk}(m_n)$ est également défini avec tous ses coefficients ayant la valeur booléenne 1 (vrai).

20 La suite de la résolution consiste à tester chaque coefficient de réflexion contenu dans les coefficients de $R_{pqk}(m_1)$ pour savoir si sa valeur est comprise dans l'intervalle d'incertitude de la mesure $[r_1 - \delta r_1 ; r_1 + \delta r_1]$.

Cela se fait avec la condition logique :

$$((Res_{pqk}=1) \& (R_{pqk}(m_1) > r_1 - \delta r_1) \& (R_{pqk}(m_1) < r_1 + \delta r_1))$$

25 et l'attribution de la valeur booléenne 1 (vrai) aux coefficients de Res qui vérifient cette condition et la valeur booléenne 0 (faux) aux coefficients de Res qui ne vérifient pas cette condition.

Avec le tenseur Res ainsi obtenu, le test est recommencé avec le tenseur $R_{pqk}(m_2)$ et l'intervalle d'incertitude $[r_2 - \delta r_2 ; r_2 + \delta r_2]$.

$$((Res_{pqk}=1) \& (R_{pqk}(m_2) > r_2 - \delta r_2) \& (R_{pqk}(m_2) < r_2 + \delta r_2))$$

30 La première condition, ($Res_{pqk}=1$), sert à maintenir à la valeur booléenne 0 (faux) les coefficients qui n'ont pas vérifié le ou les tests précédents.

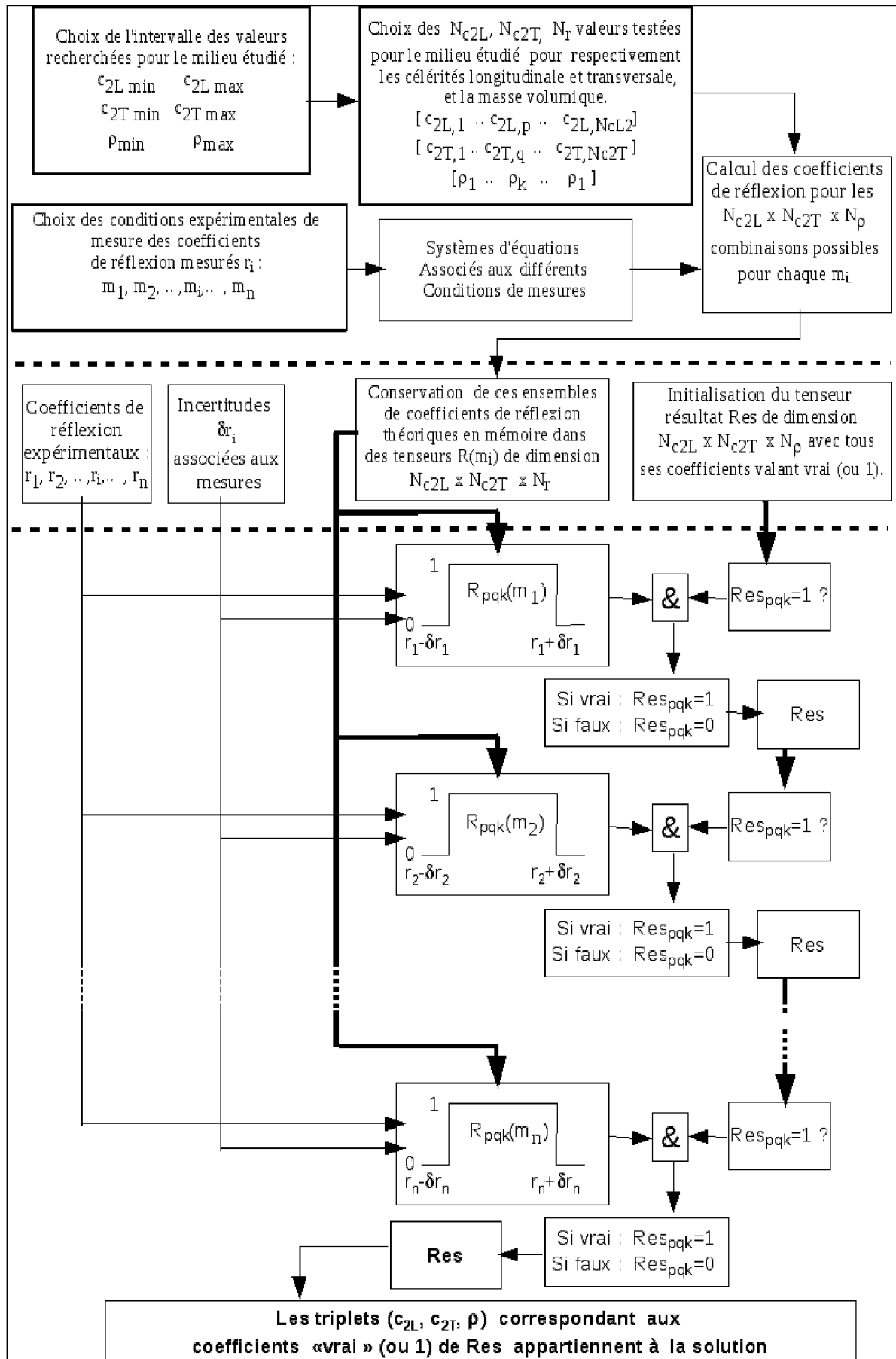
Le test est fait autant de fois qu'il y a de mesures et successivement pour chacune des n mesures.

A la fin, les solutions recherchées correspondent aux triplets de valeurs ($c_{2L,p}$, $c_{2T,q}$, ρ_k) dont les coefficients sont 1 dans le tenseurs Res.

35 La méthode peut être étendue dans le cas des systèmes d'équations complexes avec des tenseurs d'ordre plus élevés ou encore au cas du calcul du coefficient de conversion en réflexion.

Les nombres N_{c2L} , N_{c2T} , N_p et les valeurs des incertitudes utilisées δr_n doivent être suffisamment grandes pour trouver des solutions.

Cet algorithme est décrit dans le schéma ci-dessous.



La méthode est également extrapolable en effectuant une double réflexion et dans ce cas, ce sont les carrés des coefficients de réflexion qui sont mesurés. A fortiori, la méthode est applicable en réflexions multiples.

5 Evaluation d'un modèle de réalisation de la sonde et de la méthode d'exploitation des mesures par l'étude de la prise du ciment.

Une évaluation de ce type de sonde et de la méthode de traitement des mesures a été faite dans une version simplifiée pour suivre l'évolution des célérités des ondes longitudinales et transversales dans le ciment au cours de sa prise. La méthode est restreinte à la mesure de 2 coefficients de réflexion distincts, la masse volumique étant dans un premier temps déterminée en fin de prise par un autre moyen. L'exploitation de ces 2 mesures permet de suivre les célérités des ondes longitudinale et transversale.

Le type de sonde utilisé est le modèle présenté à la figure 7 qui a été conçu pour une immersion dans le milieu étudié. Le transducteur de réception est tourné d'une dizaine de degrés vers une face latérale (150) du capteur afin que ladite seconde onde réfléchi soit réfléchi en direction vers la paroi latérale (150) de la sonde.

En vue d'une récupération sans dommage du capteur, une seule interface de réflexion (140) est en contact avec le ciment, la seconde interface de réception était en contact avec l'air (141), comme le illustre la figure 10. La sonde est utilisée pour mesurer un coefficient de réflexion, l'étalonnage étant fait avec la seconde interface de réflexion au contact de l'air. En dehors des zones de réflexion de l'onde incidente sur le ciment et sur l'air, la sonde est recouverte d'une couche de quelques millimètres de cire (105) qui diminue l'amplitude des réflexions sur la paroi de la sonde.

Les transducteurs sont des céramiques ferro-électriques carrés, d'environ 6 mm de côté. L'épaisseur entre les parois latérales (150 et 151) est 1 cm, celle entre les interfaces de réflexion (140 et 141) est d'environ de 1,5 cm, la longueur typiquement est de 5 cm. Les 2 dernières dimensions des sondes varient un peu selon l'angle principal d'incidence choisi.

Le dispositif utilisé est constitué de deux sondes mises côte-à-côte avec des angles d'incidence de respectivement 35° et 45°. Les ondes incidentes sont longitudinales avec une fréquence proche de 1,8 MHz.

Pour les besoins de l'expérience, les tensions des signaux électriques ont été déterminées avec un oscilloscope numérique.

L'évolution des 2 coefficients de réflexion est présentée figure 11.

La masse volumique du ciment à la fin de la prise est 1830 kg/m³, sachant que la contraction du ciment peut atteindre 6% ; l'exploitation de ces mesures avec la méthode décrite de résolution du système d'inéquations avec une erreur de $\delta_{\text{IL}} = \pm 1\text{dB}$ fournit les évolutions des célérités longitudinale (c_L) et transversale (c_T) présentées à la figure 12.

La figure 13 présente l'évolution de la célérité de l'onde longitudinale (c_L) lorsque la masse volumique varie. On constate que le moment de la prise du ciment, qui correspond à la rapide augmentation de cette célérité, apparaît dans un intervalle de temps qui reste étroit ; la prise du ciment peut ainsi être détectée avec une précision satisfaisante sans connaître précisément la masse volumique de la pâte de ciment.

Références

- BAR 61** A.J Barlow, G. Harrison, J. Richter, H. Seguin, J. Lamb : Electrical method for the viscoelastic behaviour of liquid under cyclic shearing stress : Lab. Pract. , 10 (1961) 786-801.
- BEL 92** L. Belkheiri : Etude de l'évolution des caractéristiques ultrasonores dans les matériaux en cours de solidification. Thèse de doctorat Université Denis Diderot Paris 7, France (1992).
- BOU 95** A . Boumiz : Etude comparée des évolutions mécaniques et chimiques des pâtes de ciment et mortiers à très jeunes âges. Thèse de doctorat Université Denis Diderot Paris 7, France (1995)
- CAN 90** G. Cannard G. Orcel J. Prost : Le suivi de la prise des ciments par ultrasons ; Bull. Liaison. Labo. P. et Ch. 168 (1990) 89-95.
- CRO 99** B. Cros, J.Y. Ferrandis : Characterization of the cement setting by acoustic near field ; Sensors and actuators B 60 (1999) 200-207
- DEB 97** Y. Deblock : Caractérisation ultrasonore haute fréquence des propriétés viscoélastiques de milieux liquides ; Thèse de Doctorat, université de Valenciennes, France (1997).
- GAR 95** V. Garnier, G. Corneloup, J.M. Sprauel J.C. Perfumo : Setting time study of roller compacted concrete by spectral analysis of transmitted ultrasonics signals ; NDT&E international 28 (1995) 15-22.
- GLO 68:** G. M. Glover G. Hall, A.J. Matheson J.L. Stretton : A magnetostrictive instrument for measuring the viscoelasticity of liquids in the frequency range 20-100 kHz : J. Phys. E 1 (1968) 383-388.
- GRE 98** M. S. Greenwood, Ultrasonic fluid densitometry and densitometer, brevet US5 708 191A, 13 jan 1998.
- GRE 99** M. S. Greenwood, R.V. Harris, Pitch-catch only ultrasonic fluid densitometer, brevet US 5 886 250, 23 mars 1999.
- GRE 00** : M. S. Greenwood, Ultrasonic fluid densitometer having liquid/wedge and gas/wedge interfaces, brevet US 6 083 181, 4 juil 2000.
- HOU 91** M. Hoummady : Onde élastiques transverses horizontales émises par des transducteurs interdigités déposés sur des plaques minces de quartz. Application aux capteurs de

viscosité et aux détecteurs de gaz. Thèse de doctorat de 3^{ème} cycle, université de Besançon, France (1991).

- KNO 89** G.G. Knott : Reflexion and refraction of elastic waves with sismological application ; Phil. Magazine 55, vol.48, n°290 (1889) 64-97.
- 5 **LAB 98** S. Labouret, J. Frohly, Ultrasound method for monitoring the rheologic properties of cement, Ultrasonics 36 (1-5) 205-208 (1998).
- NOM 82** T. Nomura, M. Okuhara : Frequency shifts of piezoelectric quartz crystals immersed in organic liquids ; Anal. Chim. Acta 142 (1982) 281-284.
- MAS 47-1** W.P. Mason : Measurement of the viscosity and shear elasticity by means of a torsionally
10 vibrating crystal ; Trans. Am. Soc. Mech. Eng. 69 (1947) 359.
- MAS 47-2** W.P. Mason et H.J. McSkimin : attenuation and scattering of high frequency sound waves in metals and glasses ; J. Acoust. Soc. Am., 19 (1947) 464-473
- MAS 49** W.P. Mason, W.O. Baker H.J. McSkimin et J.H. Heiss : Measurement of shear elasticity of liquids at ultrasonics frequencies : Phys. Rev. 75 (1949) 936-946
- 15 **MCS 52** H.J. McSkimin : Measurement of dynamic shear viscosity and stiffness of viscous liquids by means of traveling torsional waves ; J. Acoust. Soc. Am. 24 (1952) 355-365.
- OUL 06** Ould Ehssein, C. and Serfaty, S. and Griesmar, P. and Le Huerou, J.Y. and Martinez, L. and Caplain, E. and Wilkie-Chancelier, N. and Gindre, M. and Gouedard, G. and Figuiere, P. : Kinetic study of silica gels by a new rheological ultrasonic investigation ; Ultrasonics
20 44 (2006) 881-885
- PEL 83** Pelletier, Moreau, Bocquet (inventeur) : Sonde à relais, brevet BF 8305910- 12 avril 1983
- PRU 98** C. Prugne, J. Van Est, B. Cros, G. Lévêque et J. Attal : Measurement of the viscosity of liquids by near field acoustics ; Meas. Sci. Technol. 9 (1998) 1894-1898
- RIC 87** A. RICCO S.J. LARTIN : Acoustic wave viscosity sensor ; Appl. Phys. Letter. 50 (1987) 1474-
25 1476.
- SAY 93** C.M. Sayers R.L. Grenfell : Ultrasonic propagation through hydrating cement ; Ultrasonics 31 (1993) 147-153.
- SHA 00** V.V. Shah, K. Balasubramanian : Measuring newtonian viscosity from the phase of reflected ultrasonic shear waves ; Ultrasonics 38 (2000) 922-927.
- 30 **TES 93** L. Tessier : Immunodétection par résonateur à quartz, Thèse de doctorat, Université de Tours, France (1993)
- TOZ 92** K.Tozaki, M. Kimura, N. Komatsu, S. Itou : An improved method to determine complex acoustic impedance using a piezoelectric resonator : Jpn. J Appl. Phys. 31 (1992) 2592-2597.

Revendications

1) Sonde destinée à déterminer le coefficient de réflexion d'une onde acoustique sous un angle d'incidence oblique sur une interface plane, dite interface de réflexion (140), entre un matériau, 5 dit matériau solide de référence (101), et un milieu, dit milieu étudié (104), qui est suffisamment liquide ou mou pour venir en contact complet au moment de sa mise en place sur ladite interface de réflexion, sonde, constituée par un solide plein, dit solide de référence (100), fabriqué dans ledit matériau solide de référence ; ledit solide de référence possède une première surface plane, dite surface d'émission (110), qui est couplée acoustiquement sur une aire, dite aire d'émission 10 (130), de ladite surface d'émission, avec un dispositif électro-mécanique, dit dispositif d'émission (120), qui transforme une onde électrique en une vibration qui induit dans ledit solide de référence une onde acoustique, dite onde incidente (O_i), qui est de type longitudinale ou transversale et qui se propage dans ledit matériau solide de référence ; ladite onde incidente frappe, sous un angle d'incidence θ (θ), dit angle principal d'incidence la dite interface de 15 réflexion dont la normale est dans le même plan de l'espace, dit plan de propagation, que la normale de ladite surface d'émission ; la dite interface de réflexion renvoie dans ledit solide de référence une onde, dite onde réfléchie (O_r), de même nature, longitudinale ou transversale, que ladite onde incidente ; ladite onde réfléchie se dirige vers une deuxième surface plane, dite surface de réception (111), que possède ledit solide de référence ; ladite surface de réception est 20 couplée acoustiquement sur une aire, dite aire de réception (131), de la surface de réception, avec un dispositif électro-mécanique, dit dispositif de réception (121), qui transforme l'amplitude de ladite onde réfléchie qui frappe ladite aire de réception en un signal électrique dont l'amplitude, U_r , est proportionnelle à l'amplitude de ladite onde réfléchie ; sonde caractérisée en ce que ladite onde réfléchie frappe ladite surface de réception avec un 25 angle d'incidence γ (γ) non nul dont la valeur est proche ou supérieure à γ_c qui est défini dans la description.

2) Sonde selon la revendication 1 caractérisée en ce que le dit angle γ (γ) est orienté pour diriger l'onde réfléchie en réflexion (O_{rr}) en dehors de ladite interface de réflexion (140).

30

3) Sonde selon l'une quelconque des revendications 1 ou 2, caractérisée en ce que, en dehors de la zone de ladite interface de réflexion (140) sur laquelle est réfléchie ladite onde incidente (O_i) et en dehors des dites aire d'émission (130) et aire de réception (131), les parois dudit solide de

référence (100) sont recouvertes d'un milieu, dit milieu absorbant (105), qui diminue la réflexion des ondes vers ledit solide de référence.

4) Sonde destinée à déterminer le carré du coefficient de réflexion d'une onde acoustique sous un angle d'incidence oblique sur une interface plane entre un matériau, dit matériau solide de référence (101), et un milieu, dit milieu étudié (104), qui est suffisamment liquide ou mou pour venir en contact complet au moment de sa mise en place sur les faces planes du matériau solide de référence, sonde, constituée par un solide plein, dit solide de référence (100), fabriqué dans ledit matériau solide de référence ; ledit solide de référence possède une première surface plane, dite surface d'émission (110), qui est couplée acoustiquement sur une aire, dite aire d'émission (130), de la dite surface d'émission, avec un dispositif électro-mécanique, dit dispositif d'émission (120), qui transforme une onde électrique en une vibration qui induit dans ledit solide de référence une onde acoustique, dite onde incidente (O_i), qui est de type longitudinale ou transversale et qui se propage dans ledit matériau solide de référence ; ladite onde incidente frappe, sous un angle d'incidence θ (theta), dit angle principal d'incidence, une première interface plane avec ledit milieu étudié, dite interface de réflexion (140), dont la normale est dans le même plan de l'espace, dit plan de propagation, que la normale de ladite surface d'émission ; la dite interface de réflexion renvoie dans ledit solide de référence une onde, dite onde réfléchie (O_r), de même nature, longitudinale ou transversale, que ladite onde incidente ; ladite onde réfléchie se dirige vers une deuxième interface plane, dite seconde interface de réflexion (141), en contact avec ledit milieu étudié, qu'elle percute sous un angle d'incidence égal audit angle principal θ ; ladite seconde interface de réflexion renvoie dans ledit solide de référence une onde, dite seconde onde réfléchie, de même nature, longitudinale ou transversale, que l'onde réfléchie, qui se dirige et va frapper une deuxième surface plane, dite surface de réception (111), que possède ledit solide de référence ; ladite surface de réception est couplée acoustiquement sur une aire, dite aire de réception (131), de la surface de réception, avec un dispositif électro-mécanique, dit dispositif de réception (121), qui transforme l'amplitude de ladite onde réfléchie qui frappe ladite aire de réception en un signal électrique dont l'amplitude, U_r , est proportionnelle à l'amplitude de ladite onde réfléchie ; sonde,

caractérisée en ce que ladite seconde onde réfléchie frappe ladite surface de réception avec un angle d'incidence γ (gamma) non nul dont la valeur est proche ou supérieure à l'angle γ_b qui est défini dans la description.

- 5) Sonde selon la revendication 4, caractérisée en ce que ladite interface de réflexion (140) et la dite seconde interface de réflexion (141) sont parallèles.
- 6) Sonde selon l'une quelconque des revendications 4 ou 5, caractérisée en ce que le dit angle γ est orienté pour diriger l'onde réfléchie en réflexion (Orr) vers une paroi de la sonde qui n'est pas ladite seconde interface de réflexion (141).
- 7) Sonde selon l'une quelconque des revendications 4 à 6, caractérisée en ce que, en dehors de la zone de ladite interface de réflexion (140) sur laquelle est réfléchie ladite onde incidente (Oi), en 10 dehors de la zone de ladite seconde interface de réflexion (141) sur laquelle est réfléchie ladite onde réfléchie, en dehors des dites aire d'émission et aire de réception, les parois dudit solide de référence (100) sont recouvertes d'un milieu, dit milieu absorbant (105), qui diminue la réflexion des ondes vers ledit solide de référence.
- 15 8) Sonde selon l'une quelconque des revendications de 1 à 7 caractérisée en ce que sa géométrie assure que l'énergie associée à une onde qui est issue de ladite onde réfléchie en réception (Orr) et qui vient frapper ladite aire de réception (111), a déjà participé à plusieurs réflexions sur les parois dudit solide de référence (100).
- 20 9) Sonde selon l'une quelconque des revendications de 1 à 8 caractérisée en ce que le dispositif émetteur (110) est alimenté continûment par une onde électrique.
- 10) Sonde selon la revendication 1 qui, en plus du dispositif de mesure formé par ledit dispositif d'émission (120) couplé acoustiquement à ladite surface d'émission (110) sur ladite aire 25 d'émission (130) et par ledit dispositif de réception (121) couplé acoustiquement à la surface de réception (111) sur ladite aire de réception (131), est équipée d'au moins un autre dit dispositif de mesure, dit au moins un autre dispositif de mesure, présentant un dit angle principal d'incidence différent de θ , caractérisée en ce que l'angle principal d'incidence d'un dit au moins autre dispositif de mesure est différent des dits angles principaux d'incidence des autres dits au moins 30 un autre dispositif de mesure qui émettent une onde de même nature, longitudinale ou transversale.
- 11) Méthode utilisant la mesure de plusieurs coefficients de réflexion sur un même dit milieu étudié (104), chacun des dits coefficients de réflexion étant mesuré dans des conditions de

réflexion qui diffèrent des conditions de réflexion des autres coefficients de réflexion mesurés par au moins la nature longitudinale ou transversale de ladite onde mécanique incidente ou/et par ledit angle principal d'incidence de l'onde acoustique ou/et par ledit matériau solide de référence ou/et par l'orientation normale ou parallèle des vibrations des ondes transversales, méthode qui permet :

- de déterminer, au moyen des mesures d'au moins deux coefficients de réflexion sur le milieu étudié et de la connaissance d'une des 3 propriétés parmi les célérités de propagation des ondes longitudinale et transversale dans ledit milieu étudié et la masse volumique dudit milieu étudié, de déterminer des intervalles solutions pour les 2 autres propriétés.
- 10 - de déterminer, au moyen des mesures d'au moins trois coefficients de réflexion sur le milieu étudié, soit des intervalles solutions pour les célérités des ondes longitudinales et transversales dans le milieu étudié et de la masse volumique du milieu étudié, soit, si l'une de ces propriétés est connue, un intervalle solution unique pour chacune des 2 autres propriétés.
- de déterminer, au moyen des mesures d'au moins quatre coefficients de réflexion sur le milieu étudié, un intervalle solution unique pour les célérités de propagation des ondes longitudinale et transversale dans ledit milieu étudié et la masse volumique dudit milieu étudié, méthode caractérisée,
- 15 par l'usage couplé des intervalles de mesures formés par les mesures des coefficients de réflexions et leurs incertitudes respectives et des systèmes d'équations décrivant les coefficients de réflexion mesurés et d'un ordinateur pour rechercher systématiquement des triplets formés
- 20 par la célérité de l'onde longitudinale, la célérité de l'onde transversale et la masse volumique qui fournissent, par la résolution des dits systèmes d'équations, les coefficients de réflexion dont les valeurs sont contenues dans les dits intervalles de mesure correspondants.

25 12) Méthode utilisant la mesure de plusieurs carrés de coefficient de réflexion sur un même dit milieu étudié (104), obtenus par exemple au moyen de sondes de type de celles des revendications de 4 à 7, chacun des dits carrés des coefficients de réflexion étant mesuré dans des conditions de réflexion qui diffèrent des conditions de réflexion des autres dits carrés de coefficient de réflexion mesurés par au moins la nature longitudinale ou transversale de ladite

30 onde mécanique incidente ou/et par ledit angle principal d'incidence de l'onde acoustique ou/et par ledit matériau solide de référence ou/et par l'orientation normale ou parallèle des vibrations des ondes transversales, méthode qui permet :

- de déterminer, au moyen des mesures d'au moins deux carrés de coefficient de réflexion sur le milieu étudié et de la connaissance d'une des 3 propriétés parmi les célérités de

propagation des ondes longitudinale et transversale dans ledit milieu étudié et la masse volumique dudit milieu étudié, de déterminer des intervalles solutions pour les 2 autres propriétés.

- de déterminer, au moyen des mesures d'au moins trois carrés de coefficient de réflexion sur le milieu étudié, soit des intervalles solutions pour les célérités des ondes longitudinales et transversales dans le milieu étudié et de la masse volumique du milieu étudié, soit, si l'une de ces propriétés est connue, un intervalle solution unique pour chacune des 2 autres propriétés.

- de déterminer, au moyen des mesures d'au moins quatre carrés de coefficient de réflexion sur le milieu étudié, un intervalle solution unique pour les célérités de propagation des ondes longitudinale et transversale dans ledit milieu étudié et la masse volumique dudit milieu étudié,

méthode caractérisée,

par l'usage couplé des intervalles de mesures des carrés des coefficients de réflexion qui sont formés par les mesures des carrés des coefficients de réflexions et leurs incertitudes respectives et des systèmes d'équations décrivant les coefficients de réflexion dont les carrés sont mesurés et d'un ordinateur pour rechercher systématiquement des triplets formés par la célérité de l'onde longitudinale, la célérité de l'onde transversale et la masse volumique qui fournissent par la résolution des dits systèmes d'équations, les coefficients de réflexion dont les valeurs des carrés sont contenues dans les dits intervalles de mesure des carrés des coefficients de réflexion correspondants.

1/8

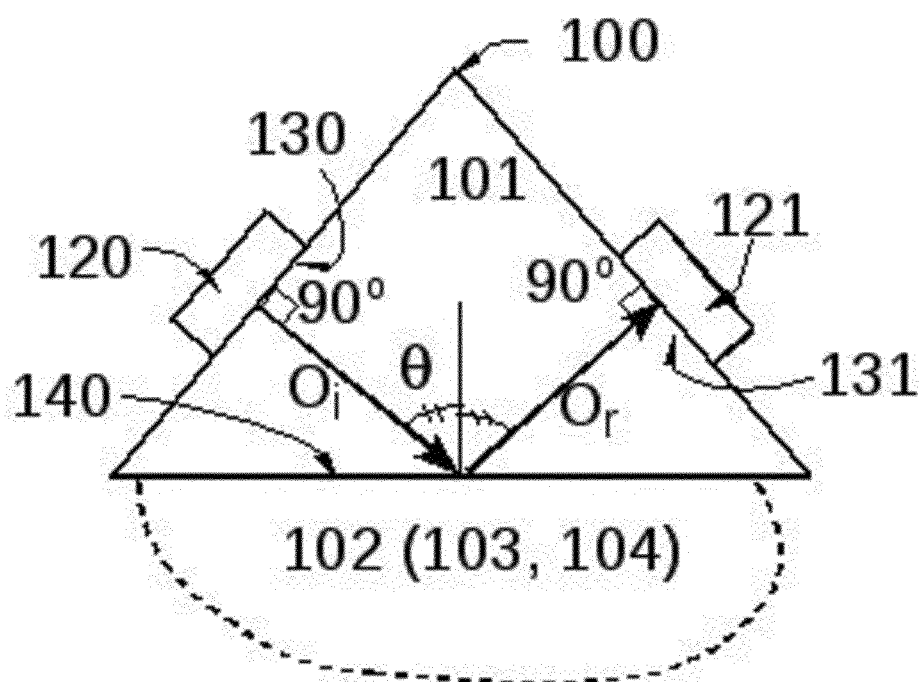


FIG. 1

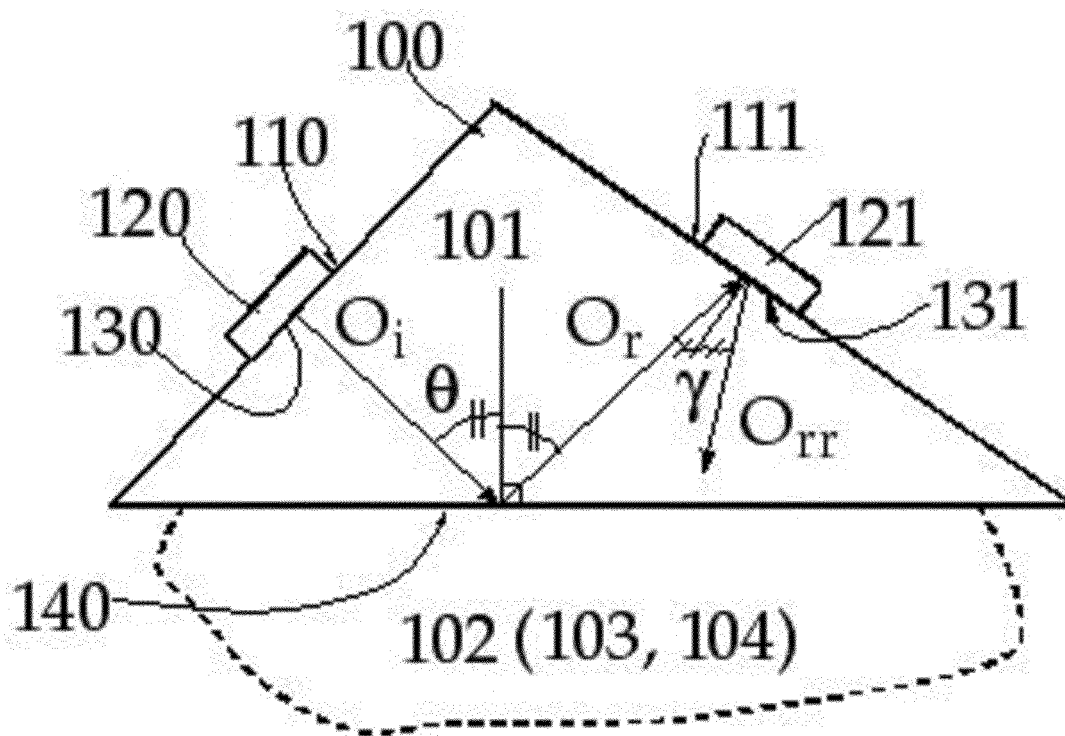


FIG. 2

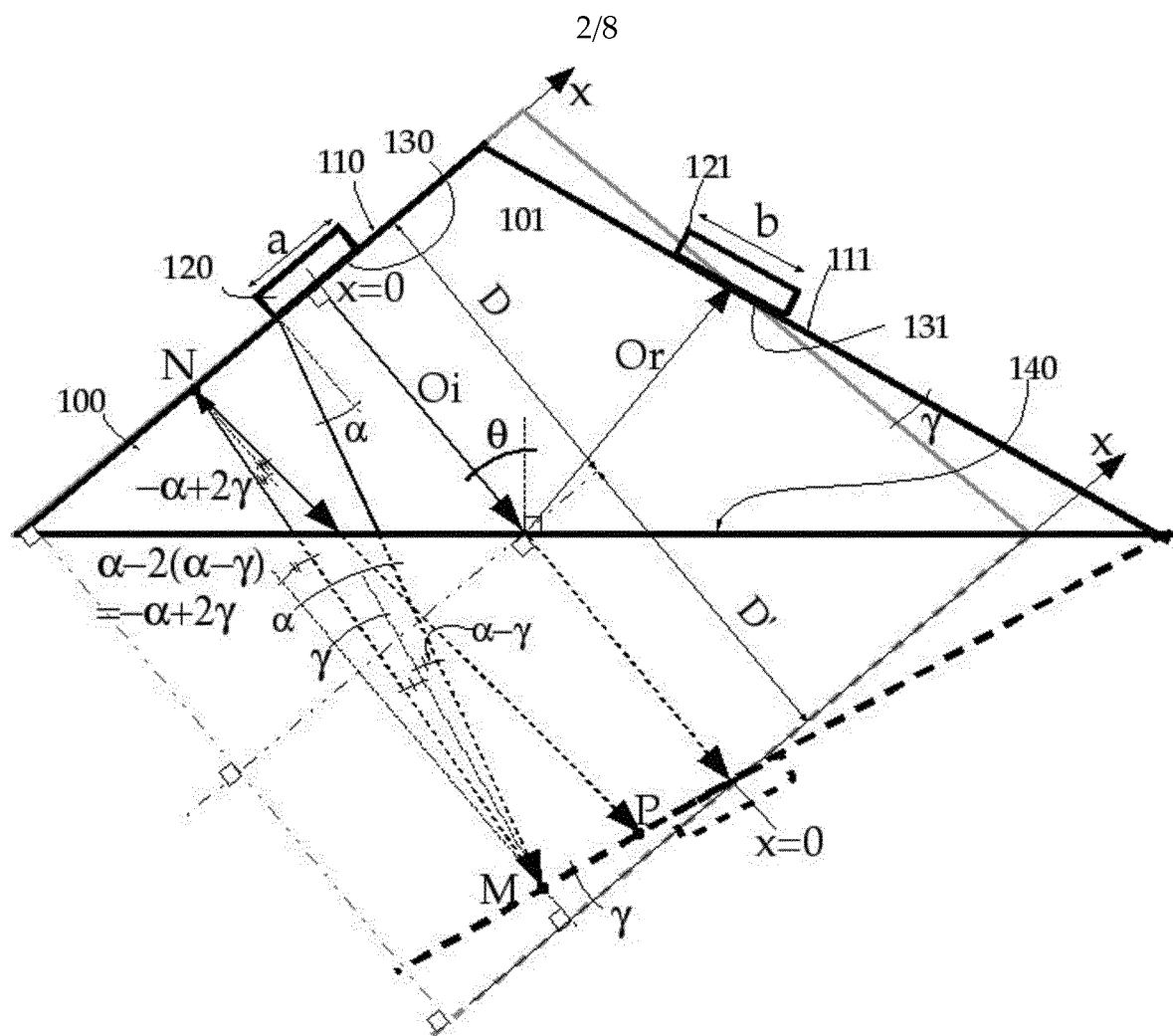


FIG. 3

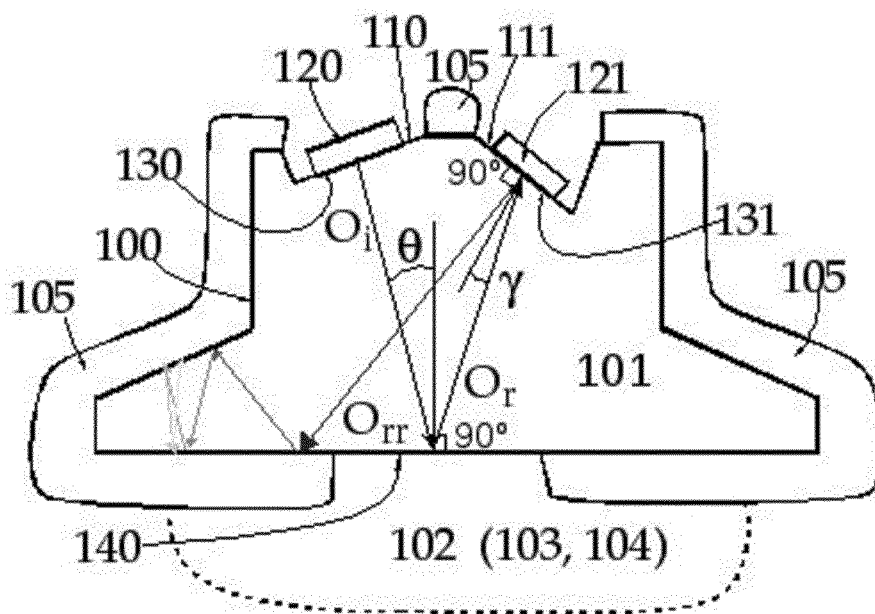


FIG. 4

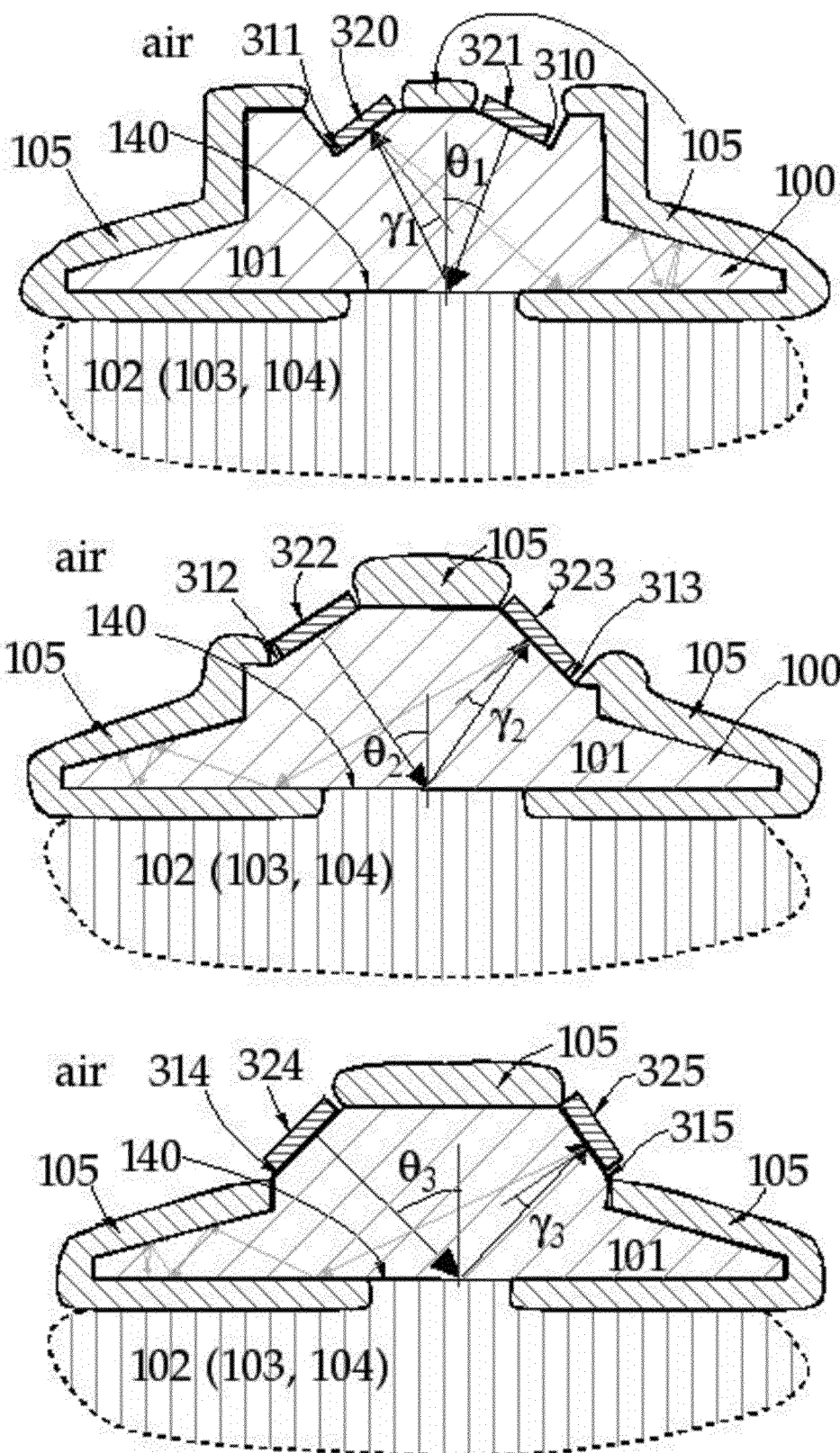


FIG. 5a

4/8

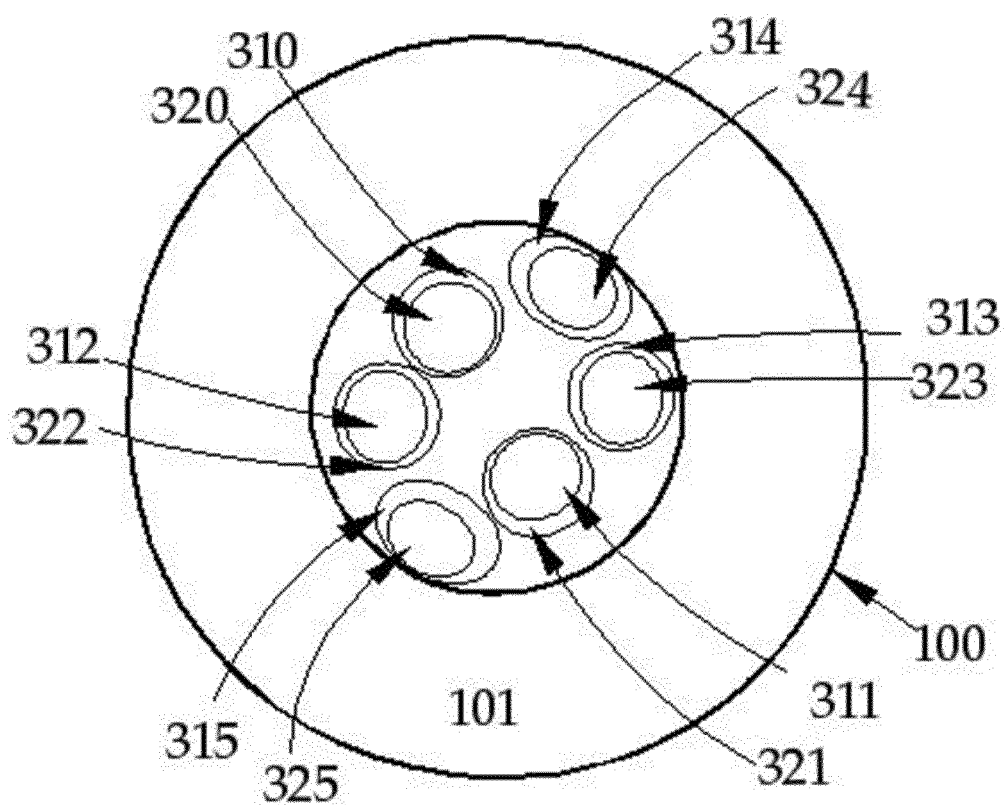


FIG. 5b

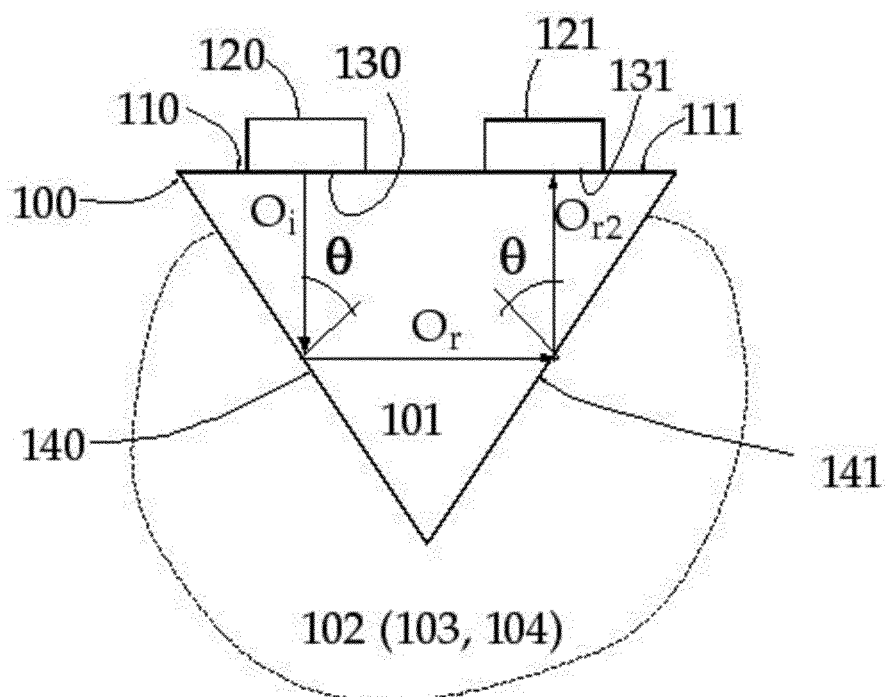


FIG. 6

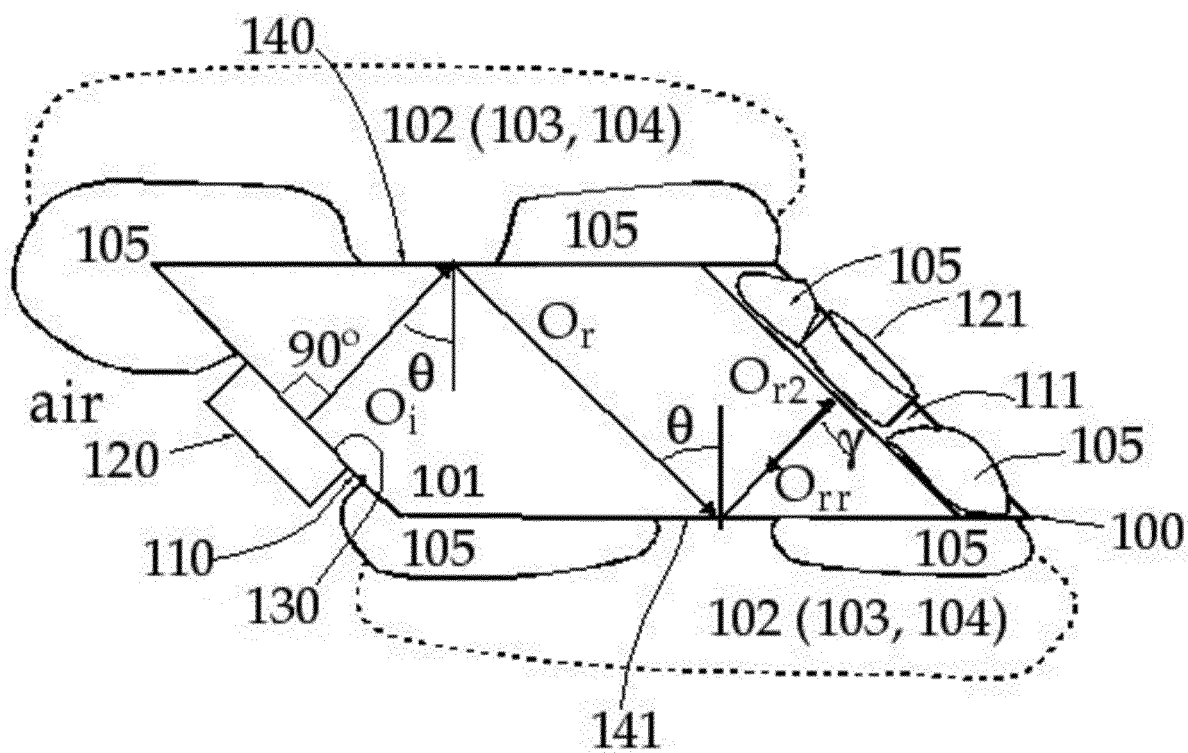


FIG. 7a

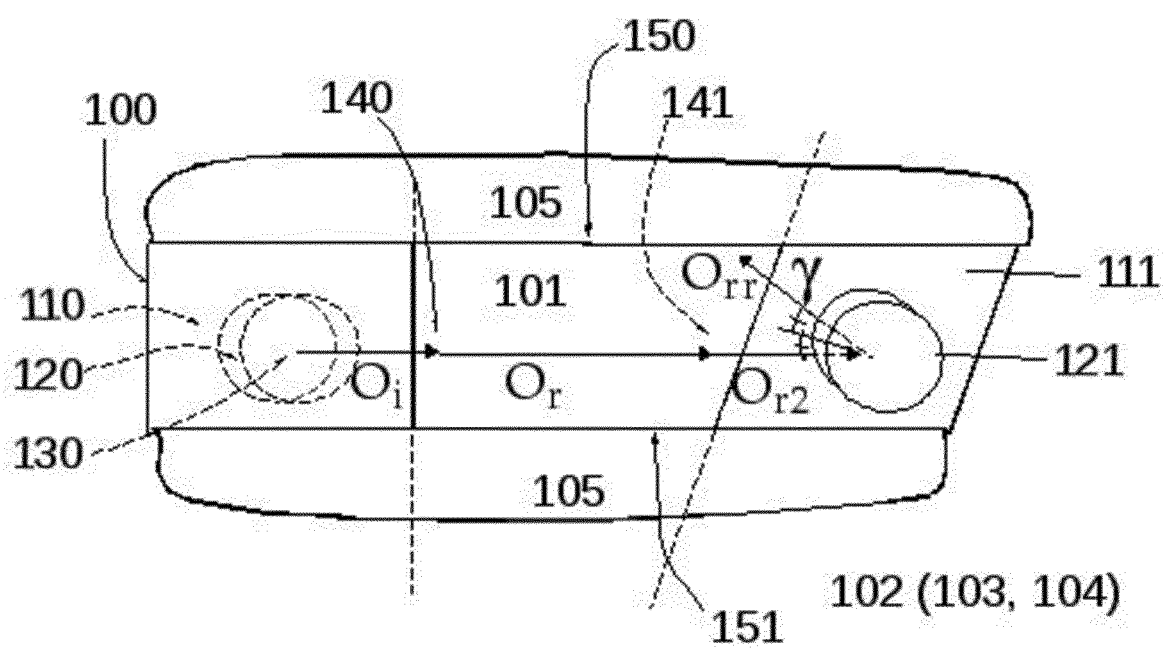


FIG. 7b

6/8

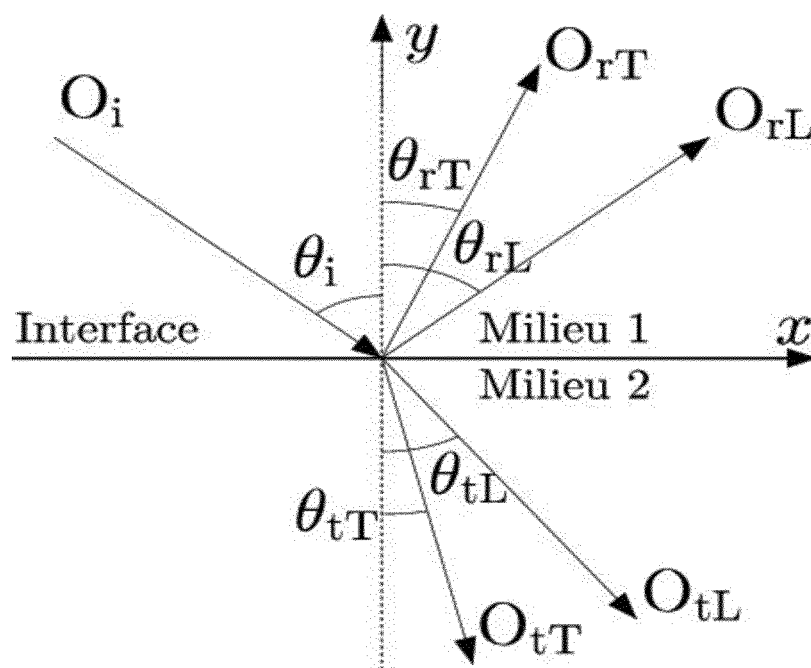


FIG. 8

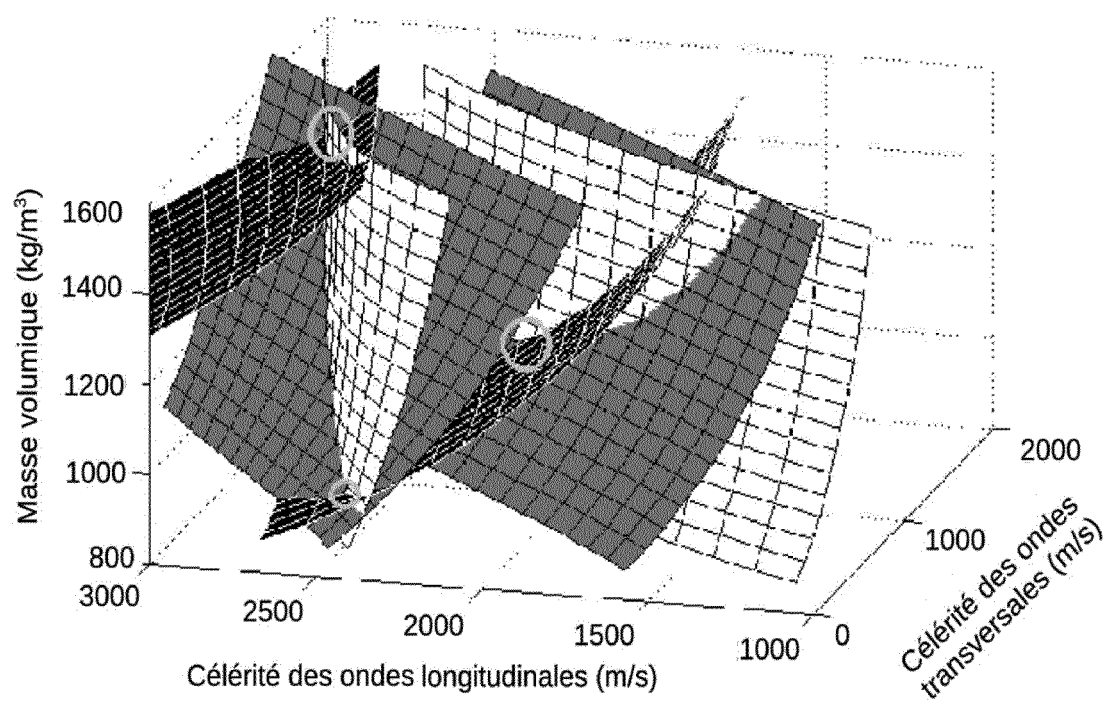


FIG. 9

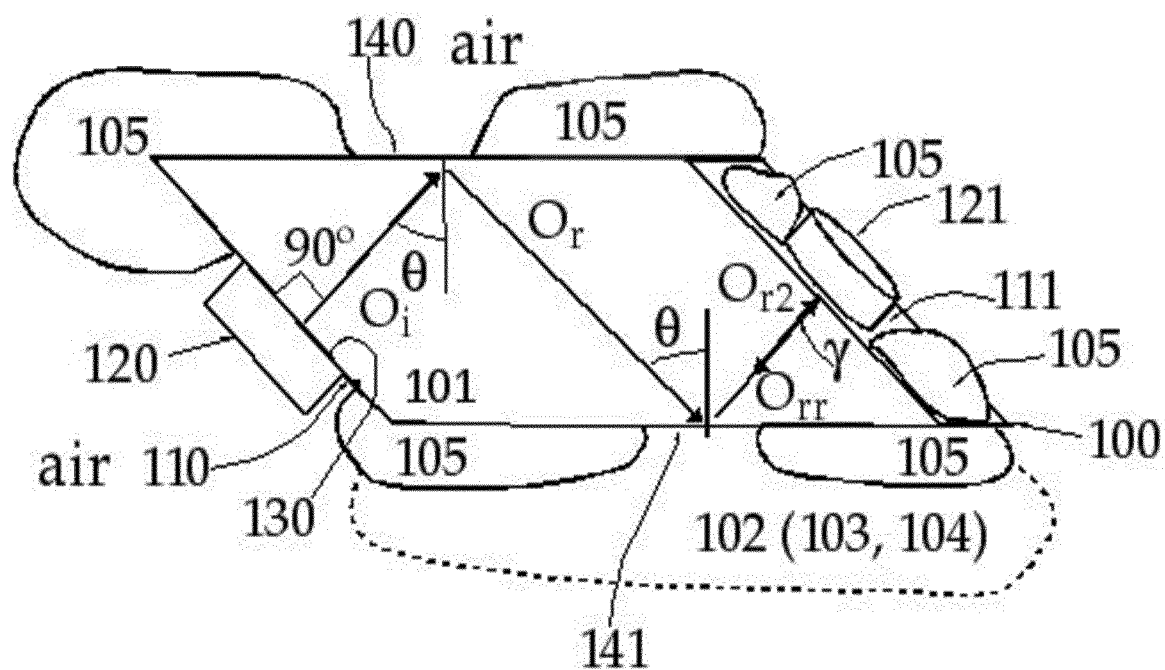


FIG. 10

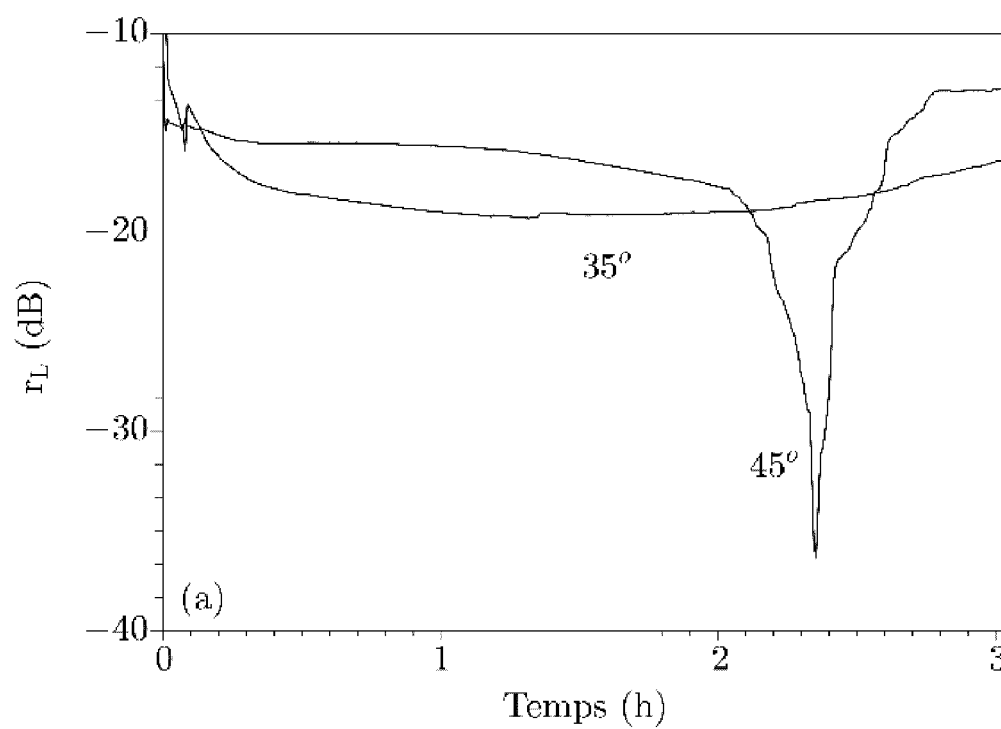


FIG. 11

8/8

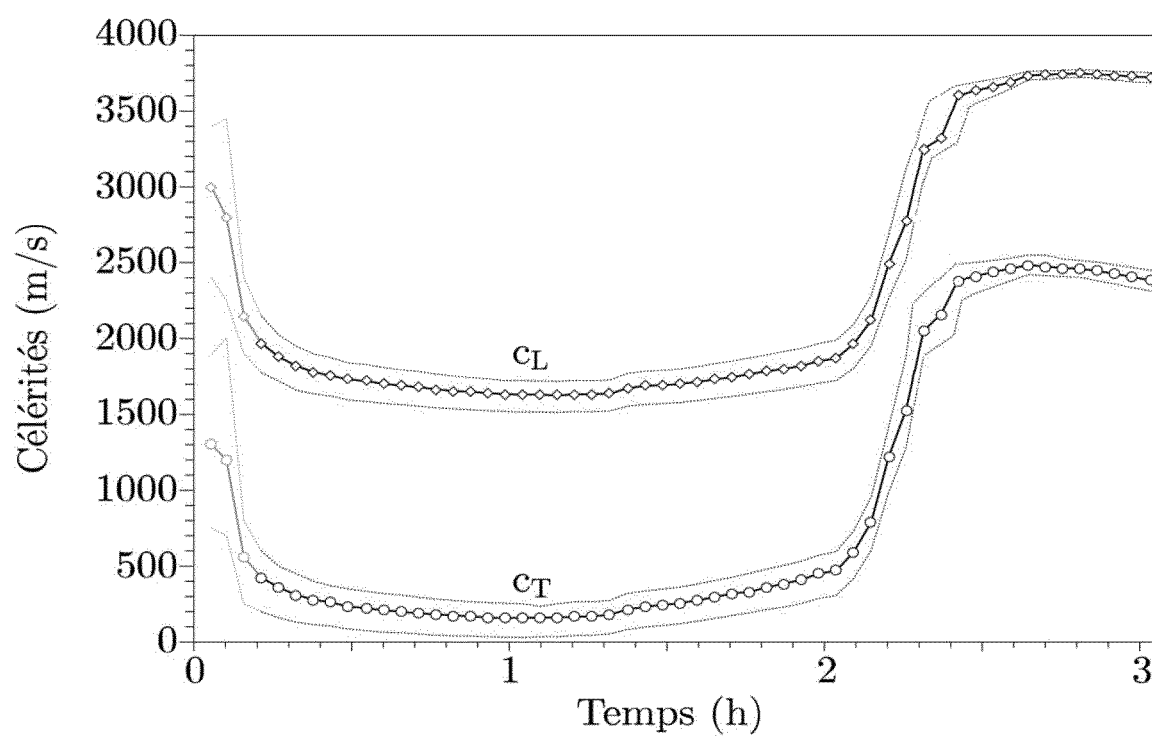


FIG. 12

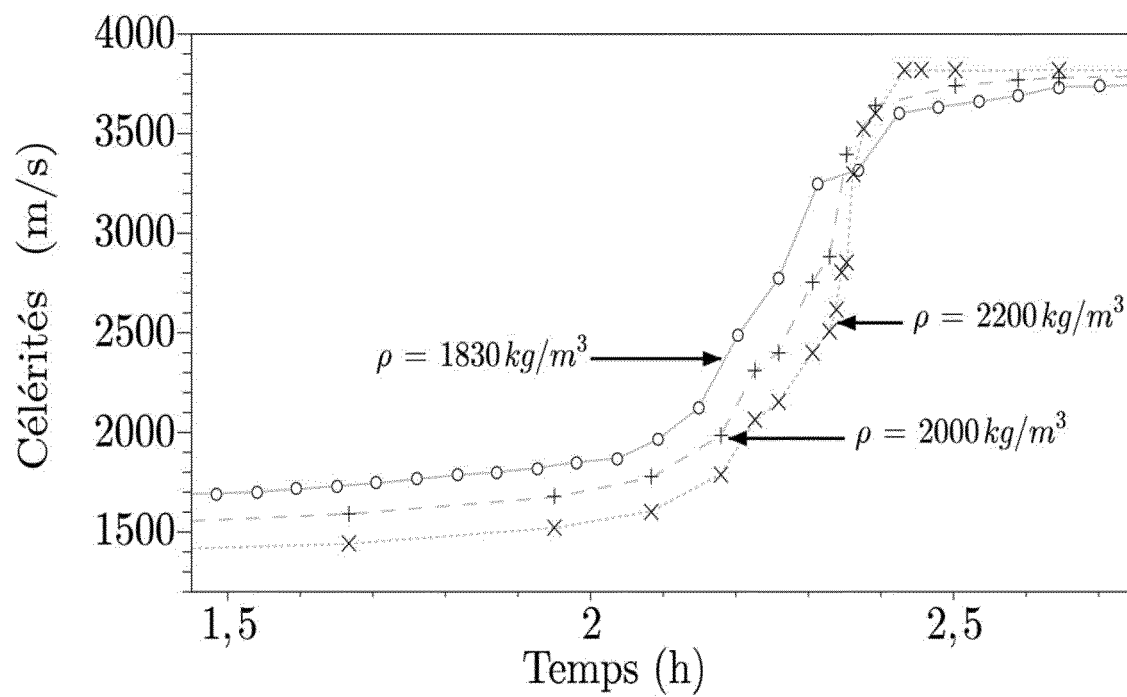


FIG. 13



RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FA 849405
FR 1770190

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X	US 6 082 180 A (GREENWOOD MARGARET S [US]) 4 juillet 2000 (2000-07-04) * abrégé; figure 2 * * colonne 3, ligne 51 - colonne 4, ligne 27; figure 2 *	1-10	G01N29/24 G01N29/02 G01N33/38
X	----- GREENWOOD M S ET AL: "On-line ultrasonic density sensor for process control of liquids and slurries", ULTRASONICS, IPC SCIENCE AND TECHNOLOGY PRESS LTD. GUILDFORD, GB, vol. 37, no. 2, 1 février 1999 (1999-02-01), pages 159-171, XP004167054, ISSN: 0041-624X, DOI: 10.1016/S0041-624X(98)00052-3 * abrégé; figure 1 * * Chapitre 1. "Introduction"; page 159 - page 160; figure 1 * * page 161, alinéa 2 *	1-3,5-9, 11,12	
X	----- LABOURET S ET AL: "Ultrasound method for monitoring rheology properties evolution of cement", ULTRASONICS, IPC SCIENCE AND TECHNOLOGY PRESS LTD. GUILDFORD, GB, vol. 36, no. 1-5, 1 février 1998 (1998-02-01), pages 205-208, XP004119490, ISSN: 0041-624X, DOI: 10.1016/S0041-624X(97)00116-9 * abrégé; figure 5 * * Chapîtres 4. "Ultrasound method by reflection" et 5. "Probe for a continuous measurement under oblique incidence"; page 206 - page 207; figures 3-5 *	3-9	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC) G01N C04B
		-/--	
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
5 juillet 2018		Meltaus, Johanna	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire			

5

EPO FORM 1503 12.99 (P04C14)



RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FA 849405
FR 1770190

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
A	WANG X ET AL: "Ultrasonic measurement of viscoelastic shear modulus development in hydrating cement paste", ULTRASONICS, IPC SCIENCE AND TECHNOLOGY PRESS LTD. GUILDFORD, GB, vol. 50, no. 7, 1 juin 2010 (2010-06-01), pages 726-738, XP027044316, ISSN: 0041-624X [extrait le 2010-02-18] * abrégé; figure 2 * * Chapîtres 1 "Introduction", 2 "Theoretical background" et 3 "Experimental setup and test procedure"; page 726 - page 730; figures 1-3 * -----	1-12	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
5 juillet 2018		Meltaus, Johanna	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire			

5

EPO FORM 1503 12.99 (P04C14)

