Vers la détermination d'un profil d'humidité dans des matériaux biopolymères en utilisant une méthode de séparation de sources

R. Huez, D. Nuzillard, A. Billat

Laboratoire d'Application de la Microélectronique Moulin de la Housse BP 1039-51687 REIMS Cedex 2 regis.huez@univ-reims.fr danielle.nuzillard@univ-reims.fr Alain.billat@univ-reims.fr

RÉSUMÉ

Le but de ce travail est de déterminer de manière non destructive un profil d'humidité dans des matériaux biopolymères. Son originalité réside dans l'utilisation de deux capteurs pyroélectriques sans contact direct avec l'échantillon. Le capteur en face avant est transparent à la longueur d'onde utilisée. C'est le traitement du signal réalisé par une méthode de séparation de sources qui permet d'exploiter les possibilités de ce nouveau montage expérimental. La mise en œuvre d'un tel dispositif n'a jamais été faite tant du point de vue expérimental que du point de vue traitement de l'information.

ABSTRACT

The purpose of this work is the non destructive determination of a humidity profile of biopolymer materials. The originality consists in an experimental device requiring two pyroelectric sensors without direct contact with the sample. The front sensor is transparent at the exciting wavelength. It is the signal processing by means of a source separation method that gives way to such an experiment. Both experimental implementation and data processing algorithms have never been employed before for such a measuremenr.

1. Introduction

Dans le cadre de la valorisation non alimentaire des agro-ressources, nous étudions la tenue mécanique de matériaux biodégradables tels que l'amidon, et en particulier, nous cherchons à déterminer son profil d'humidité en fonction de la prfondeur. L'échantillon est éclairé par une diode LASER dont la longueur d'onde émise modulée en fréquence est égale à 1,935µm. Elle correspond à la longueur d'onde d'une bande d'absorption de l'eau. La présence d'humidité au sein de l'échantillon conduit à un échauffement distribué selon la profondeur.

La mesure de la variation de température en surface en fonction de la fréquence permettra de remonter au profil d'humidité. L'analyse non destructive du matériau biopolymère nécessite l'utilisation d'une puissance excitatrice faible de la diode LASER (10 mW).

Les flux de chaleur provenant de l'échantillon excité sont recueillis par deux capteurs pyroélectriques, l'un en face arrière, et l'autre en face avant. Les signaux reçus présentent une composante optique (plus importante en face avant) et une composante thermique (dominante en face arrière). L'analyse a pour but de connaître la variation relative du profil d'humidité.

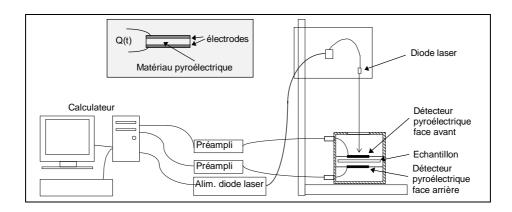


figure n°1: montage expérimental

2. Montage expérimental

2.1 Détection de la variation de température

Elle est faite à partir du montage expérimental de la figure n°1. La fréquence de modulation de la diode est comprise entre 0,1 et 100 Hz. Le diamètre du faisceau est de 5mm. Les méthodes usuelles de détection de température sans contact (radiométrie) sont exclues à cause de la faible puissance d'excitation imposée dans notre cas. Les méthodes d'analyse en contact avec l'échantillon sont difficilement réalisables car la surface du matériau est rugueuse, ce qui induit une interface matériau-capteur aléatoire.

Dans un premier temps, on utilise un capteur pyroélectrique sans contact en face arrière, celui-ci est effectivement sensible à la teneur en humidité, mais principalement de la face arrière. De ce fait, nous lui adjoignons un capteur pyroélectrique disposé en face avant pour obtenir l'image de la teneur en humidité de la face avant.

Le dispositif expérimental novateur retenu ici est basé sur l'utilisation de deux capteurs pyroélectriques pouvant fonctionner sans contact physique avec l'échantillon. Ceuxci sont capables de détecter de très faibles variations de température. L'intérêt du montage est double car il permet aussi de remonter à l'image de la source.

2.2 Les capteurs pyroélectriques

Les capteurs utilisés sont constitués d'un disque en matériau pyroélectrique. Une variation de température entre les deux faces du capteur entraîne une variation de charge électrique qu'il faut détecter [COU 91], [LIU 94].

Le montage de la figure n°1 permet de collecter simultanément toute l'information thermique et optique de la face avant de l'échantillon ainsi que celle de sa face arrière. Le capteur en face avant doit être évidemment assez transparent à la longueur d'onde excitatrice. Son intérêt vient du fait qu'il est en tantalate de lithium dopé (LiTaO3) [WHA 86] de telle manière que l'absorption optique de l'ensemble pyroélectrique-électrodes est de 18% à la longueur d'onde utilisée. Le capteur en face arrière est en céramique (mélange de PbTiO3 et de PbZrO3), les électrodes en nickel le rendent partiellement réfléchissant (la réalisation d'électrodes en or sont à l'étude).

2.3 La chaîne de mesure

Les capteurs sont modélisés par un générateur de courant en parallèle avec une capacité de l'ordre de quelques centaines de pF et une résistance de l'ordre de $10^{13}~\Omega$. Ils sont à haute impédance, c'est à dire que le signal de sortie sera dépendant du conditionneur. Un amplificateur assure la

conversion du courant en tension et permet de détecter l'image du courant généré par ce système [COU 87].

On vérifie que les réponses de chaque capteur en l'absence d'échantillon sont en accord avec la modélisation thermique du dispositif [SIM 95]. Elles sont présentées sur les figures n°2 et n°3. Elles sont modifiées par l'excitation en présence d'échantillon. Leur fiabilité dépend de la précision avec laquelle la source excitatrice est connue.

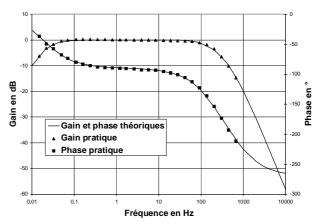


figure n°2 : courbes de réponse du capteur face arrière

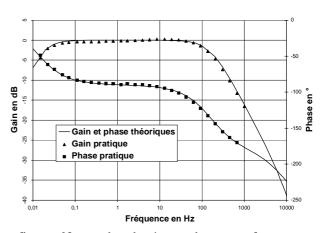


figure n°3 : courbes de réponse du capteur face avant

Du fait que les courants à détecter sont de l'ordre de quelques pico-Ampères, le rapport « tension de sortie/courant d'entrée » est très élevé de l'ordre de 10^8 . Un amplificateur d'instrumentation à faible bruit est utilisé et la saisie des signaux par le système informatique se fait en entrée différentielle sur une carte Labview de National Instrument. En raison de la faible puissance des signaux, un blindage à tous les niveaux est nécessaire, et des précautions ont été prises pour éviter au maximum les courants de fuite.

Nous avons vérifié que le système était apte à détecter des variations de température. Des études de bruit de l'ensemble capteur-préamplificateur-carte d'acquisition, ainsi que de reproductibilité du signal nous ont permis de valider le fonctionnement de la chaîne de mesure. La stabilité du signal en fonction de la température ambiante a également été vérifiée.

3 Le traitement du signal

C'est le traitement du signal, réalisé par une méthode de séparation de sources qui améliore l'exploitation d'un tel montage expérimental. En effet, ce dernier permet d'obtenir une meilleure image de l'énergie reçue et réémise par l'échantillon. Par débruitage [CAI 95], on retrouve l'image vraie de l'excitation. On assure ainsi de meilleures conditions de traitement des mesures expérimentales et un meilleur respect des lois physiques.

L'étude de l'évolution du profil de température permettant de remonter au profil d'humidité nécessite une analyse rapide et précise. L'excitation prolongée modifierait de façon trop importante la teneur en eau de l'échantillon.

Nous avons mis en œuvre un algorithme de détection synchrone. Malgré des temps d'analyse importants, celui-ci apporte un excellent rapport signal sur bruit et nous servira donc de référence. Les méthodes d'analyse corrélatoire et d'analyse paramétrique récursive basées sur le critère des moindres carrés sont moins précises, mais beaucoup plus rapides.

La qualité de la détection synchrone dépend d'une bonne connaissance de la source. Une pince ampèremétrique fournit l'image du courant (fig. n°4) envoyé à la diode. Les réponses de l'alimentation de la diode LASER et de la diode elle-même sont suffisamment bruitées pour perturber l'excitation optique qui est de faible puissance. Ce signal perturbé (fig. n°4) induit des variations sur la réponse des capteurs. De ce fait, une meilleure connaissance du signal optique réellement envoyé améliorera la précision de ces réponses.

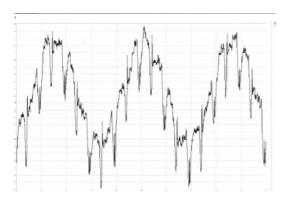


figure n°4 : image du courant envoyé à la diode LASER dans le cas d'une excitation sinusoïdale

Les capteurs reçoivent un signal s(t) qui est un mélange convolutif de l'excitation optique et de l'échauffement thermique, et également un bruit thermique b(t) associé à l'échantillon. Le bruit propre de chaque capteur est noté $b_i(t)$.

Le signal disponible en sortie de chaque capteur est de la forme $c_i(t) = b_i(t) + \alpha_i \cdot s(t) + \beta_i \cdot b(t)$. La matrice instantanée du mélange du signal et du bruit thermique est

$$M = \begin{bmatrix} \alpha_1 & \beta_1 \\ \alpha_2 & \beta_2 \end{bmatrix}$$
, où α_i et β_i sont des coefficients de proportionnalité.

En première approche, nous considérons les signaux des capteurs comme un mélange instantané d'un signal déterministe choisi sinusoïdale et d'un bruit gaussien. Nous avons vérifié expérimentalement que la statistique des $b_i(t)$ est gaussienne. A partir de la réponse des capteurs, la matrice de mélange M est extraite par les algorithmes de séparation de sources Jade [CAR 93] ou Sobi [BEL 95], [BEL 97]. On en déduit une image de la source s(t) et des bruits b(t) (fig. n^5 et n^6).

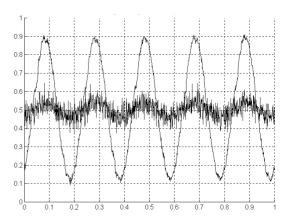


figure n°5: signaux issus des capteurs

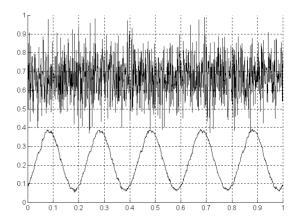


figure n°6: signaux source estimés par SOBI

Le signal image de la source issu de la séparation permet d'ajuster le signal de référence qui sera utilisé dans les traitements ultérieurs à base de détection synchrone ou analyse paramétrique. La réponse du système est donc connue de manière plus précise.

A partir de la réponse de chaque capteur, on établit des diagrammes de Bode. Chaque profil d'humidité correspond à un diagramme de Bode. Par des méthodes inverses, on en déduit le profil d'humidité dans l'échantillon.

4 Conclusion

La mise en œuvre de l'expérimentation avec un échantillon dont le profil de température est suffisamment bien contrôlé est très délicate. L'implantation des algorithmes cités suppose un bruit de capteurs très faible par rapport aux signaux. Le bon conditionnement des signaux est donc primordial. Des diagrammes d'étalonnage sont actuellement en cours d'obtention. Les résultats seront présentés de façon approfondie dans le poster. Le but ultime des travaux à venir consiste à remonter au profil d'humidité par résolution du problème inverse.

5 Références

[BEL 95]: A. Belouchrani, « Séparation autodidacte de sources: Algorithmes, Performances et Application à des signaux expérimentaux » Thèse ENST, Paris, France 5.07.1995.

[BEL 97]: A. Belouchrani, K. Abede Meraim, J. F. Cardoso, E. Moulines « A blind source separation technique using second-ordre statistics », IEEE Trans. On Signal Proc. Vol.45, no.2, p. 434-443, feb.1997.

[CAI 95]: L. Cai, R. Anin, « La séparation de sources appliquée au débruitage en CND par courants de Foucault », $15^{\text{ème}}$ Colloque Gretsi-Juan-les-Pins, p. 109-112, 1995.

[CAR 93] : J.F. Cardoso, A. Souloumiac, « Blind beamforming for non-Gaussian signals », IEE PROC-F, Vol. 140, No.6, december 1993.

[CAR 95]: J.F. Cardoso, « The invariant approach to source separation », in Proc. NOLTA, p.55-60, 1995.

[COU 87]: H. Coufal, R. Grigier, D. Horne, J. Fromm, « Pyroelectric calorimeter for photothermal studies of thin films and adsorbates », J. Vac. Sci. Technol. A5 (5), sept / oct, p. 2875-2889, 1987.

[COU 91]: H. Coufal, « Photothermal methods for the measurements of thermal properties of thin polymer films », Polymer Engineering and Science, january, vol 31, no.2, p. 92-98, 1991.

[LIU 94]: W. Liu, L. Zhang, X. Yao, « Properties of PLT thin films pyroelectric detectors part. 1, part. 2, part. 3 », Infrared Phys. Technol. 36, p. 857-860, 1995.

[SIM 95]: J. Simonne, F. Bauer, L. Audaire, « Pyroelectric properties of a vdf/TrFE-on-silicon sensor », Ferroelectrics, Vol. 171, p. 239-252, 1995.

[WHA 86]: R. W. Whatmore, « Pyroelectric device and materials » Rep. Prog. Phys. 49 p. 1335-1386, 1986.