



Institut National de la Recherche Agronomique

**UNITE DE SCIENCE DU SOL**

Domaine Saint Paul  
Site Agroparc  
84914 AVIGNON CEDEX 9  
Tél. 04 90.31.61.28  
Fax : 04 90.31.62.44

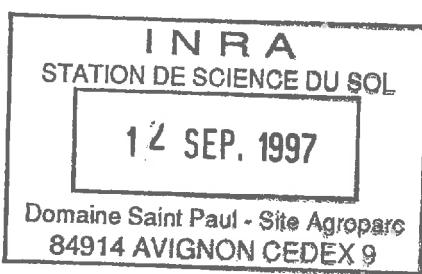
**IUT Aix-Marseille III**

*Département Mesures - Physiques*

142 Traverse Charles Susini  
13338 MARSEILLE CEDEX 13  
Tél: 04.91.28.93.05  
Fax: 04.91.28.94.05

# **AUTOMATISATION**

## **D'UN POROSIMETRE A MERCURE**



*Stagiaire: CORBI David  
2ème année de Mesures Physiques*

*Avril - Juin 1997*

*Tuteurs du stage: FIES Jean - Claude  
RENAULT Pierre*

## **PRESENTATION DE L'INRA.**

Les activités de recherche de l'INRA s'appliquent aux domaines de la production agricole et de sa transformation, de la gestion de l'espace rural et des ressources naturelles, et de l'alimentation de l'homme.

Aujourd'hui, la recherche agronomique doit faire face à de nouveaux défis, résultant d'une part de l'attention croissante de la société aux questions d'emploi et de qualité des produits, de gestion durable de l'environnement, et d'autre part de l'évolution du contexte économique, de plus en plus ouvert à la compétition mondiale.

Les missions de l'INRA, Etablissement Public National à caractère Scientifique et Technologique sous tutelle du Ministère chargé de la recherche et du Ministère chargé de l'agriculture, sont définies statutairement par le décret de 1984. L'institut contribue à la fois:

- à la production de connaissances et de savoir-faire originaux, dans une vision à moyen et long terme des besoins dans ses champs de compétence ;
- à la création d'innovations, élaborées en relation avec les acteurs économiques et les partenaires de la recherche appliquée ;
- à l'appui aux pouvoirs publics, à travers ses capacités d'expertise et de soutien scientifique à l'exécution de leurs missions;
- à la diffusion des connaissances, en apportant son concours à la formation à la recherche et par la recherche;
- au développement de la culture scientifique et technique et à la réponse au questionnement des citoyens.

### **Orientations scientifiques.**

Les recherches de l'INRA s'organisent autour de cinq pôles représentatifs des grandes composantes du système agro-alimentaire :

- les ressources naturelles, milieux et territoires ;
- les espèces et peuplements ;
- la caractérisation et la transformation des produits ;
- les entreprises, filières, marchés et échanges ;
- la consommation et les consommateurs.

Chaque pôle regroupe des compétences très diversifiées, aussi bien en recherche fondamentale qu'en recherche plus appliquée, permettant à l'INRA de développer des approches intégrées et interdisciplinaires.

L'INRA fait appel, en effet, à un large éventail de disciplines scientifiques :

- la biologie des plantes, des animaux, des micro-organismes et de l'homme (pour les aspects liés à la nutrition et à l'alimentation);
- les sciences de l'environnement, afin d'aborder les relations entre les milieux physiques et les communautés biologiques qui s'y développent;
- les sciences de l'ingénieur, pour mettre au point les méthodes de production, pour mieux comprendre et maîtriser les processus physico-chimiques d'élaboration ou de la transformation des produits ; les mathématiques et l'informatique appliquées;
- les sciences humaines et sociales, dans le domaine de l'économie des entreprises et des filières agricoles et alimentaires comme la gestion de l'espace rural et des ressources renouvelables.

## **Département de Science du Sol.**

Le sol occupe dans les agro-écosystèmes une position d'interface qui lui confère de multiples fonctions physiques et biogéochimiques . Le Département a pour objectif de connaître et maîtriser ces fonctions, leurs variations dans l'espace et dans le temps, les conditions de leur conservation ou de leur régénération. Outre la diversité de la couverture pédologique, les principaux facteurs pris en compte sont les modalités d'utilisation agricole du sol, l'organisation et l'aménagement du paysage, les apports de résidus d'origine urbaine.

## **L'Unité de Science du Sol d'Avignon.**

Les recherches de l'unité de science du sol d'Avignon s'inscrivent dans une perspective générale d'amélioration des connaissances relatives à la physique du sol et aux processus de transports de masse et d'énergie dans les sols, et d'une façon plus générale, dans les milieux poreux. Ces phénomènes de transport concernent l'eau (infiltration, évaporation, absorption racinaire...), les solutés (nitrates par exemple), les gaz (oxygène, gaz carbonique, vapeur d'eau...) et la chaleur.

D'un point de vue finalisé, les applications de ces travaux concernent les problèmes d'environnement (gestion quantitative et qualitative des ressources en eau dont les risques de pollution des nappes, modifications de l'atmosphère influençant entre autre l'effet de serre...), mais aussi l'optimisation des facteurs du milieu pour la croissance et le développement des couverts végétaux (optimisation de la consommation en eau des couverts végétaux par les systèmes racinaires, relations entre l'état physique du sol et la mise en place du peuplement...)

Sur le plan des outils de recherche, l'activité du laboratoire est caractérisée par un recours quasi systématique à la modélisation mathématique. Les échelles spatiales de travail vont de l'agrégat ou de la colonne de sol pour les recherches s'attachant à l'analyse de mécanismes locaux, à la parcelle, au bassin versant, ou à la petite région dans le cas d'approches intégrées en général pluridisciplinaires.

## REMERCIEMENTS

J'adresse mes plus sincères remerciements à Monsieur Laurent Bruckler, directeur de l'Unité Science du Sol pour l'accueil qu'il m'a réservé au sein de l'Unité durant le stage.

Ce travail a été réalisé sous la direction de Monsieur Jean-Claude Fiès. Il m'a fait bénéficier pendant ce stage de toutes ses connaissances en porosimétrie à mercure, en m'énonçant les principes fondamentaux. De plus il m'a dirigé dans les différentes démarches à suivre pour l'élaboration de ce travail. Je l'en remercie très sincèrement.

Monsieur Pierre Renault m'a suggéré les différentes manières de procéder en vue de la conception matérielle de ce travail. De ce fait, des connaissances en Electronique m'ont été nécessaires. Qu'il trouve ici l'expression de ma gratitude.

Mon intégration parmi cette Unité a été réussie grâce à la communication avec les autres stagiaires. Ils ont montré de l'intérêt pour mon travail, pour cela je les remercie sincèrement.

Pour éviter une liste trop exhaustive, je remercie tous les chercheurs, ingénieurs et techniciens pour leur disponibilité. Cependant ce travail m'aurait pas été possible sans la formation reçue à l'IUT. Par cette formation enrichissante, je tiens à remercier avec sincérité tout mes professeurs qui m'ont permis d'effectuer ce travail.

## **SOMMAIRE**

<b>Introduction</b>	<b>p.6</b>
<b>I. POROSIMETRIE A MERCURE: THEORIE</b>	<b>p.7</b>
1. DEFINITION	p.7
2. PRINCIPE	p.7
<b>II. POROSIMETRIE A MERCURE: APPAREILLAGES ET MESURES</b>	<b>p.9</b>
1. DESCRIPTION	p.9
A. Organisation générale	p.9
B. Pénétromètre	p.9
C. Mesures d'intrusion	p.10
D. Capteurs de capacités	p.12
E. Capteur basse pression	p.12
F. Capteur haute pression	p.12
G. Mesures en basses pressions	p.12
H. Mesures en hautes pressions	p.13
I. Limites de mesures	p.14
<b>III. AUTOMATISATION DU POROSIMETRE</b>	<b>p.16</b>
1. CARACTERITIQUES DE L'AUTOMATISATION	p.16
A. Récuperation des signaux	p.16
2. INTERFACE POROSIMETRE-PC	p.18
A. Lieux de branchements sur le porosimètre	p.18
B. Interface pour la lecture des pressions	
et des capacités	p.18
C. Commande du moteur et de l'électrovanne	p.19
3. CONVERSION ANALOGIQUE/NUMERIQUE	
ET NUMERIQUE/ANALOGIQUE	p.19
A. Conversion analogique/numérique	p.19
B. Conversion numérique/analogique	p.22
4. PROGRAMME DE GESTION DE LA MANIPULATION	p.22
5. CONDITION DE VALIDITE	p.25
6. ETALONNAGE DES CAPTEURS DE PRESSIONS	p.26
A. Régression linéaire	p.27
7. INTERPRETATION DES RESULTATS	
L'ETALONNAGE	p.28
A. Etalonnage du capteur basse pression	p.28
B. Etalonnage du capteur haute pression	p.29
<b>IV. CONCEPTION DU PROGRAMME</b>	<b>p.30</b>
<b>V. CONCLUSION</b>	<b>p.31</b>

**Annexe 1**  
**Annexe 2**  
**Annexe 3**

**p.32**  
**p.36**  
**p.42**

## **INTRODUCTION**

La porosimétrie est une méthode de mesure permettant de caractériser indirectement la distribution volumique des tailles de pores de milieux poreux. A ce titre, elle est couramment utilisée en Science du Sol. Parmi les autres utilisateurs de cette technique, on peut citer la pharmacie (détermination de la porosité de certains comprimés) et d'autres encore.

Cette méthode, pilotée manuellement, s'avère très consommatrice de main d'œuvre. L'opérateur doit alors imposer successivement différentes pressions d'intrusion pour le mercure et s'assurer, pour chacune d'elle, de la stabilité du volume de mercure ayant pénétré l'échantillon. Pratiquement, la caractérisation d'un seul échantillon peut ainsi immobiliser un manipulateur durant une journée;

L'automatisation de ce type d'appareil est donc nécessaire.

Une telle automatisation avait déjà été réalisée (M. COSTES, 1984) à l'aide d'un ordinateur sous système d'exploitation FLEX.

Mais avec la disparition de cet appareil, il s'est avéré nécessaire de recommencer le travail à l'aide d'un PC sous MS-DOS. Le changement d'appareil s'est accompagné du changement de mode de conversation: signaux analogiques et numériques se sont substitués à des signaux en fréquences.

## I. POROSIMETRIE A MERCURE: THEORIE.

### 1. DEFINITION.

La porosimétrie à mercure permet d'estimer le volume et le diamètre des pores des sols. Les cavités mesurables par la porosimétrie ont des dimensions s'étendant de quelques nanomètres à plusieurs centaines de micromètres.

### 2. PRINCIPE.

Les mesures effectuées avec l'appareil sont des mesures de pression et de volume. On désire établir une courbe cumulative des volumes de mercure entrés dans un échantillon sous l'action de pressions croissantes. Les mesures s'étendent sur une grande gamme de pression, pour pouvoir apprécier toutes les tailles de pores. En effet, on commence à mettre l'échantillon sous vide, de manière à vider tout les pores, et pour faciliter l'intrusion du mercure. Les mesures en basses pressions permettent de déterminer les volumes des gros pores tandis que des mesures en hautes pressions permettent d'apprécier des pores beaucoup plus fins.

En théorie la porosimétrie à mercure est définie par la loi de Jurin. Cette définition transforme ces pressions en termes de diamètre équivalent d'entrée de mercure dans les pores (voir Figure 2). Ces conversions de pressions en diamètres sont définis par la loi de Jurin dont le principe est schématisé en Figure.1:

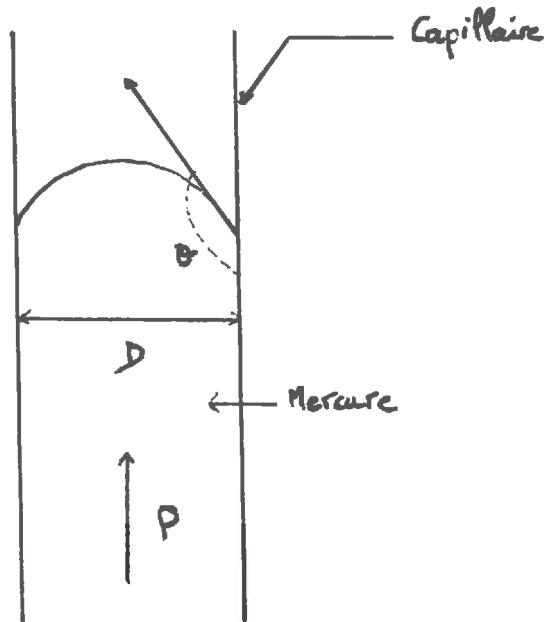


Figure.1: Principe de la loi de Jurin.

La définition mathématique de la loi De Jurin est:

$$D = -\frac{4\sigma \cos \theta}{\Delta P}$$

avec  $\sigma$  : tension superficielle du mercure ( $484 \text{ N.m}^{-1}$ ) ;  
 $\theta$  : angle de raccordement du ménisque à la paroi ( $130 - 140^\circ$ ) ;  
 $\Delta P$  : différence de pression de part et d'autre du ménisque (Pa) ;  
 $D$  : diamètre du capillaire équivalent au pore au niveau du ménisque ( $\mu\text{m}$ )

La pression permet de calculer un diamètre d'intrusion. On remarque que la pression est inversement proportionnelle au diamètre. En effet, il faudra une pression d'autant plus grande que l'on veut faire pénétrer du mercure dans des pores très petits.

On utilisera donc la loi de Jurin pour les résultats obtenus.

Pour traduire la hauteur de mercure éculée dans l'échantillon, on utilise l'effet capacitatif du mercure. En effet la capacité mesurée est directement proportionnelle à la hauteur de mercure présente dans un capillaire servant de réserve. Connaissant son diamètre interne, on en déduit le volume introduit.

Les mesures sont faites à pressions croissantes et une fois atteinte la pression à  $200 \text{ MPa}$ , la pression est ramené directement à la pression atmosphérique. En fait à cause des phénomènes d'hystéresis nous n'observons pas les même résultats.

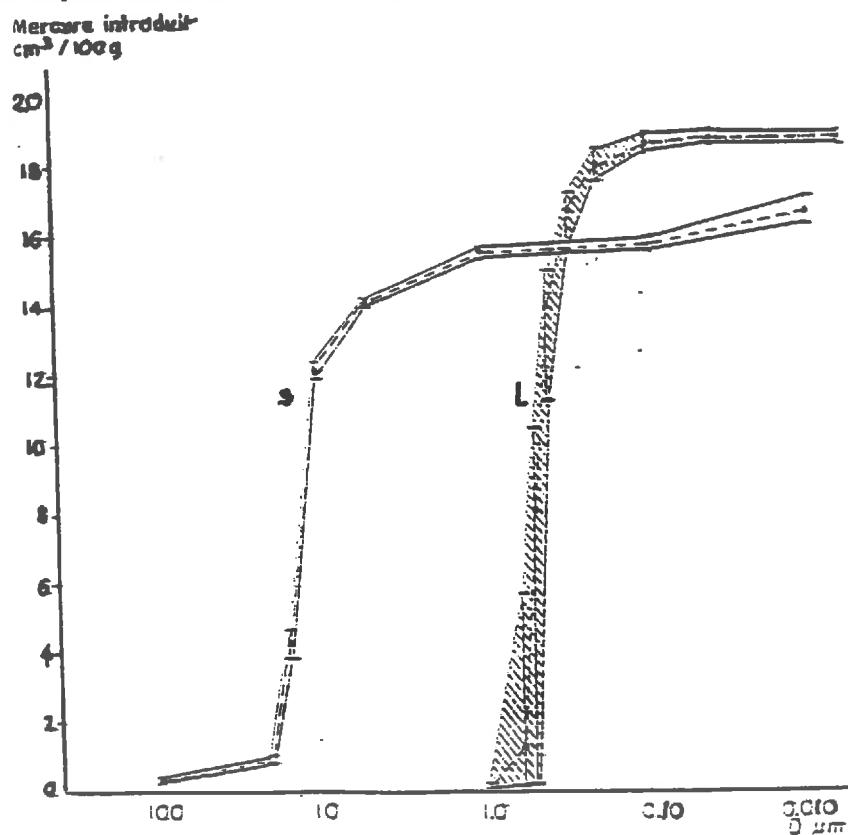


Figure 2

Courbes cumulatives du mercure introduit en fonction du diamètre d'entrée des pores.  
 $S$  = sol sableux  
 $L$  = sol limoneux

## **II. POROSIMETRIE A MERCURE: APPAREILLAGE ET MESURES.**

### **1. DESCRIPTION.**

#### **A. Organisation général.**

L'appareil utilisé est un porosimètre à mercure, du type Pore Sizer 9300, fabriqué par MICROMERITICS. Le porosimètre permet de réaliser des pressions s'étalant de  $3 \cdot 10^{-3}$  MPa à 206 MPa. Cette gamme de pression permet de mesurer la gamme de volumes exprimés auparavant. Le Pore Sizer 9300 permet les volumes de pores sur cette gamme de pression. Grâce à la présence de deux postes (figure 5) de mesures. Un poste "basse pression" (figure 5B) permet des mesures de pression s'étalant de 0.003 MPa à la pression atmosphérique. Un poste "haute pression" (figure 5A) quant à lui permet des mesures de pressions s'étalant de la pression atmosphérique à 200 MPa. Ces deux postes mesurent le volume de mercure entrée dans un échantillon en utilisant l'effet capacitif du mercure, à différents niveaux de pression.

#### **B. Pénétromètre.**

Pour la mesure de la capacité, on utilise un pénétromètre.

Celui-ci est composé de trois parties (voir Figure 3). Une première partie est constituée d'un capillaire en verre terminé par une cellule cylindrique d'un volume donné (3, 5 ou 15 cm<sup>3</sup>). Autour du capillaire en verre, existe un dépôt métallique, ou une feuille métallique, qui constitue le "condensateur" (en A), permettant la mesure de capacité. C'est l'une des électrodes du condensateur. Le diamètre intérieur du capillaire mesure 1.5, 2.5 ou 3.2 mm. Une rondelle avec trois tiges solides et un ressort (en B), permet de maintenir un joint hermétique et isolé avec de la graisse, enfermant l'échantillon dans la cellule. Une troisième pièce est en fait une sorte de prise banane (en C), qui est associée à la pièce précédente, et qui constitue l'autre électrode du "condensateur". Cette pièce est en contact avec le mercure lorsque le pénétromètre est assemblé.

Un autre type de pénétromètre existe. Le tube capillaire se prolonge dans la cellule. Ce type de pénétromètre est employé pour l'étude de poudres. Il évite que la poudre flotte et entre dans le capillaire, lors de l'intrusion du mercure.

La capacité par unité de longueur entre le mercure dans le capillaire du pénétromètre et la couverture métallique est déterminée par le rapport des diamètres d'entrée et de sortie et la composition du verre.

Des courbes d'étalonnage sont ainsi établies pour différents pénétromètre, pour convertir les picofarad en volume de mercure introduit.

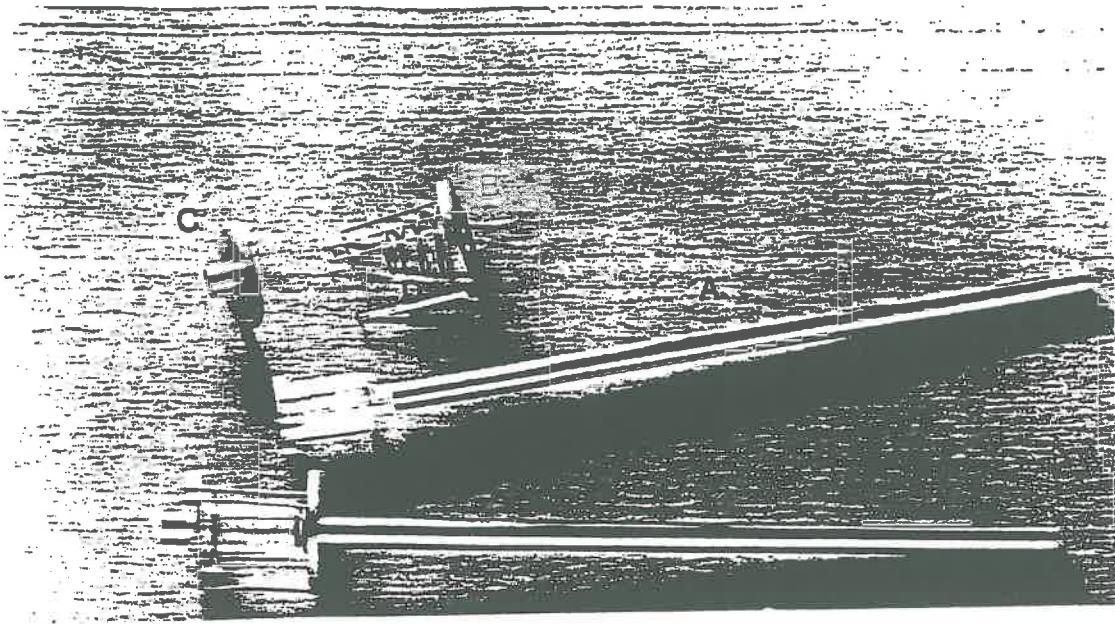


Figure 3

Pénétromètre et éléments constitutifs.

**C. Mesures d'intrusion.**

Le volume de mercure introduit dans les pores de l'échantillon, à une pression donné, est mesuré grâce à la variation de la capacité. Le niveau de mercure dans le capillaire, tombe au fur et à mesure que les pores de l'échantillon sont remplis sous pression croissante, il en résulte une décroissance de la capacité.

Les variations de capacité sont converties en variations de volume en les multipliant par le facteur de calibration du pénétromètre (fig.4).

En effet, chaque pénétromètre possède sa propre spécificité au niveau du volume qu'il peut contenir et de la capacité qu'il peut atteindre. Ce facteur de calibration a pour unité le  $\text{cm}^3$  par picofarad.

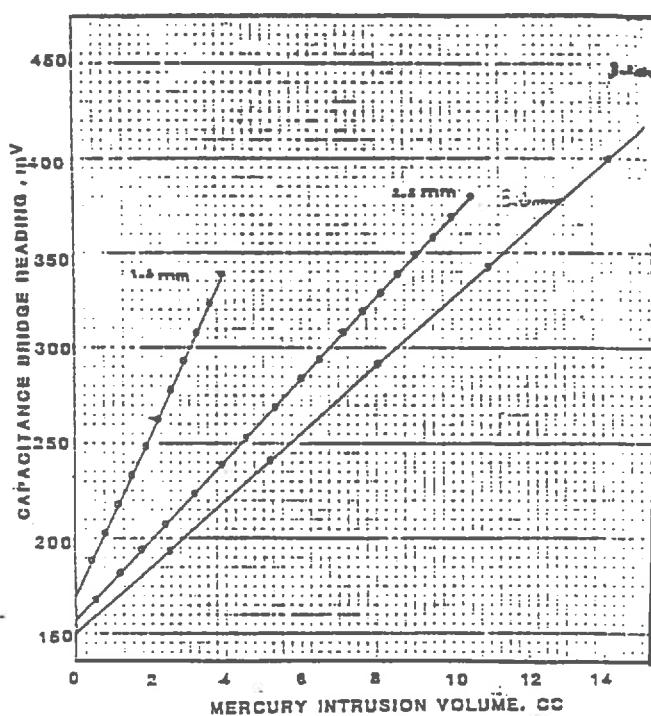


Figure.4

Courbe d'étalonnage des pénétromètres.

## **POROSIMETRE A MERCURE**

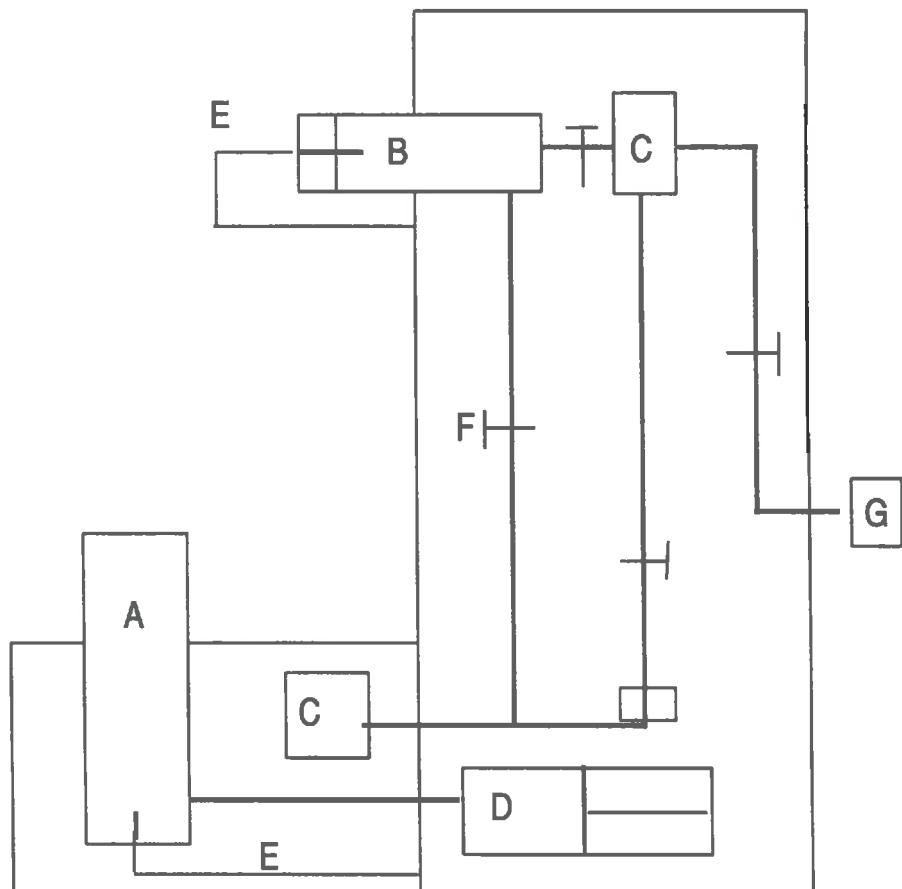


Figure.5

**Légende:**

A: Poste haute pression  
B: Poste basse pression  
C: Réservoir de mercure  
D: Piston

E: Capteur de capacité  
F: Electrovanne  
G: Arrivée de la pompe à vide

#### **D. Capteurs de capacité.**

Le Pore Sizer 9300 utilise trois capteurs (car on a trois postes de mesures, dont deux postes basées pression, un seul est visible en figure 5), pour enregistrer les variations de capacité causé par la décroissance de la colonne de mercure dans le capillaire du pénétromètre. Deux de ces capteurs sont montés dans un tube cylindrique avec un câble détachable pour l'utilisation en basses pressions (figure 5E). Les capteurs mesurent la capacité au niveau de deux bornes, l'une étant une connexion au centre de la chambre. Au niveau de la chambre basse pression (figure 6), deux lames viennent faire contact avec le pénétromètre, en s'appuyant sur la partie métallique. Une rondelle de plastique, permet d'isoler la prise banane au reste du pénétromètre. Une enceinte cylindrique fournit une protection électrique au niveau du capteur basse pressions.

Le capteur hautes pressions est sensiblement différent. En effet, le récipient dans lequel on enfonce la cellule du pénétromètre, contient une prise banane en son centre. Cependant, la chambre haute pression est verticale (voir fig.5A), les lames de contact, elles, sont reliées au capteur quand elles touchent le fond du récipient.

Les capteurs de capacité produisent un signal de sortie de  $5\text{mV/pF}$  avec une variation de plus ou moins 5%. Le signal de sortie est amplifié et un offset est appliqué.

#### **E. Capteur basse pression.**

Le capteur basse pression dans le Pore Sizer 9300, est un thermocouple fer-constantan chauffé par un courant audiofréquence. Cette chaleur dépend du niveau de vide autour du thermocouple. Quand la pression du vide augmente, la tension produite par le thermocouple augmente. Un circuit interne au porosimètre amplifie et conditionne cette sortie non linéaire pour produire un signal donnant la pression mesurée. La pression lue peut être en micromètres de mercure.

#### **F. Capteur haute pression.**

Le capteur haute pression est en fait une jauge de contrainte, dont la déformation est mesurée lors du déplacement du piston. Ce capteur, délivre une tension de sortie convertible en pression de la même manière que le capteur basse pression.

#### **G. Mesures en basses pressions.**

Le Pore Sizer 9300 permet de mesurer le volume des pores grâce à l'intrusion de mercure dans un échantillon. Cependant les pores d'un échantillon sont de tailles différentes et leur dimension ne peut être caractérisée de manière unique. Les gros pores (quelques centaines de micromètres à 10 micromètres de diamètre) doivent être mesurés en basses pressions (entre 0.003 MPa et 0.1 MPa). Le fait d'introduire le pénétromètre horizontalement, permet de réduire la pression initiale de mercure.

Pour accéder à ces basses pressions, il est nécessaire de faire le vide dans le poste, une fois que tout le dispositif est mis en place. On fait le vide progressivement dans la chambre et le réservoir de mercure déjà vide, en actionnant différentes électrovanne les unes après les autres. En agissant sur une électrovanne, l'utilisateur transvase du mercure du réservoir du bas au réservoir du haut (figure 5C). Il évite ainsi d'établir une trop grande colonne de mercure sur le poste basse pression. Après avoir rempli le réservoir, il peut actionner une

électrovanne entre le réservoir et la chambre basse pression afin d'établir une dépression qui introduira du mercure dans le pénétromètre. Quand le pénétromètre est rempli de mercure, on réalise un vide partiel dans le réservoir du bas pour que le mercure en excès redescende. L'utilisateur ouvre pour cela une électrovanne, qui relie la chambre et le réservoir sous vide, le mercure descendant par simple gravité.

A partir du moment où le mercure est dans le pénétromètre, on se fixe une pression de départ en agissant sur une électrovanne, qui amènera de l'air sur le mercure. La pression pourra ainsi atteindre la pression atmosphérique.

Mais on doit également faire des mesures à des pressions voisines de la pression atmosphérique (jusqu'à 0.14 MPa). Ces mesures ont pour effet de raccorder les courbes cumulatives lors du changement de poste de mesures. En effet lorsque le pénétromètre passe de la position horizontale à la position verticale, une colonne de mercure est visible. Le poids de cette colonne va intervenir. Il faut donc calculer une valeur de pression qu'il va falloir afficher et qui sera égale à 0.14 MPa moins le poids de la colonne de mercure. Dans ce cas, on injecte de l'azote qui accroîtra la pression.

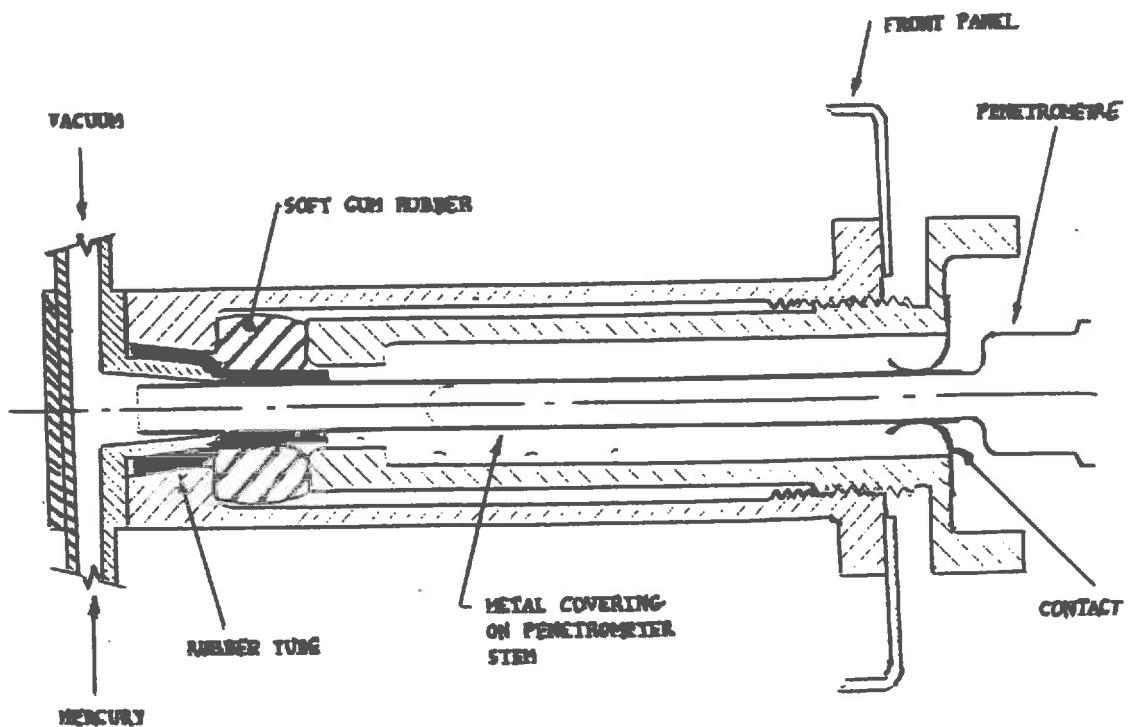


Figure 6  
Chambre "basse pression".

#### H. Mesures en hautes pressions.(figure.7)

Le poste "haute pression" est composé d'un récipient contenant l'huile, et dans lequel on introduit la cellule du pénétromètre. La prise banane vient se connecter sur une borne au fond du récipient, pour la mesure de capacité. Le pénétromètre est vertical dans le récipient. Une chambre haute pression se fixe sur le pénétromètre, et est fixée au récipient par un pas de vis important, compte tenu des pressions élevées obtenues dans cette chambre (environ 200 MPa). L'ensemble constitue un blindage, fabriqué grâce à un métal très solide, un alliage de titane. En vissant la chambre "haute pression" sur le pénétromètre, on fait monter l'huile dans un récipient de trop plein. Le système est hermétiquement fermé. Un piston

commandé par un moteur comprime l'huile qui, entrant dans le capillaire du pénétromètre, envoie le mercure dans l'échantillon. On incrémente la pression en agissant sur la commande du piston. Le moteur possède deux types de commandes, pas à pas et continu.

### I. Limites de mesures.

Les limites de pression pour installer le vide dans le poste "basse pression", sont imposées par le constructeur. En effet le vide maximum que l'on peut atteindre est de  $50 \mu\text{m}$  de mercure. On peut quand même descendre plus bas, mais dans ce cas le vide met plus de temps à s'installer.

Cependant lors de l'intrusion du mercure, la pression revient dans une gamme de mesure avoisinant  $10^{-3}$  MPa. On débute généralement les mesures à 0.003 MPa. Les limites de pressions dans le poste haute pression sont imposées par le constructeur de même.

Le constructeur a fixé lui-même les limites de la course du piston, en élaborant un système qui coupe le moteur en fin de course, quand on mesure en haute pression et lors du retour à la pression atmosphérique, quand le piston revient en début de course (figure 5D).

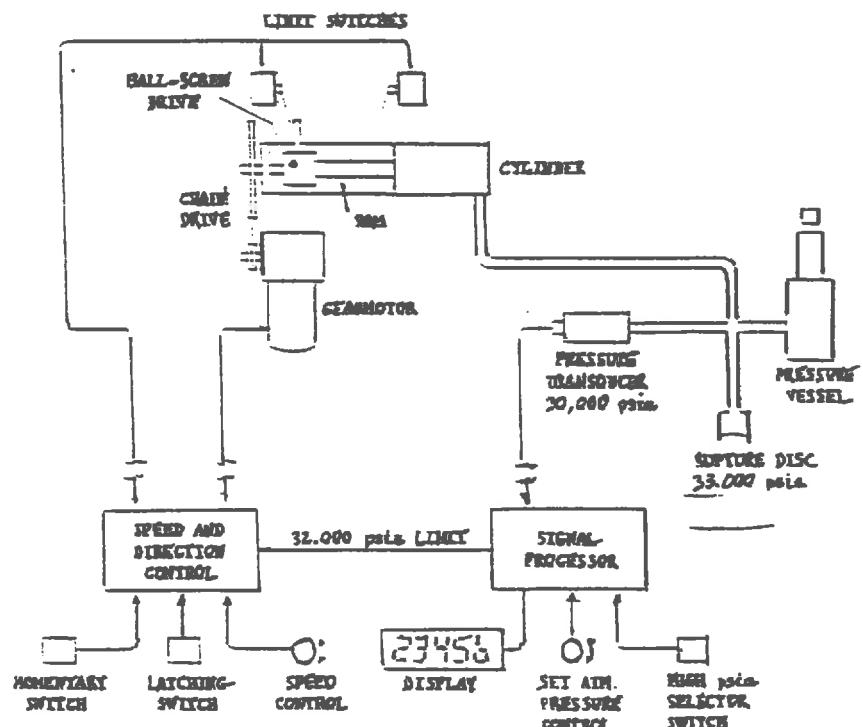


figure 7

Chambre haute pression et système de contrôle de pression.

Légende:

Pressure vessel = chambre haute pression

Cylinder = chambre du piston

Gearmotor = moteur de rotation de la vis

Ram = vis sans fin

Limit switches = coupure du moteur en fin de course

Pressure Transducer = capteur de pression (30.000 PSI = 210 MPa)

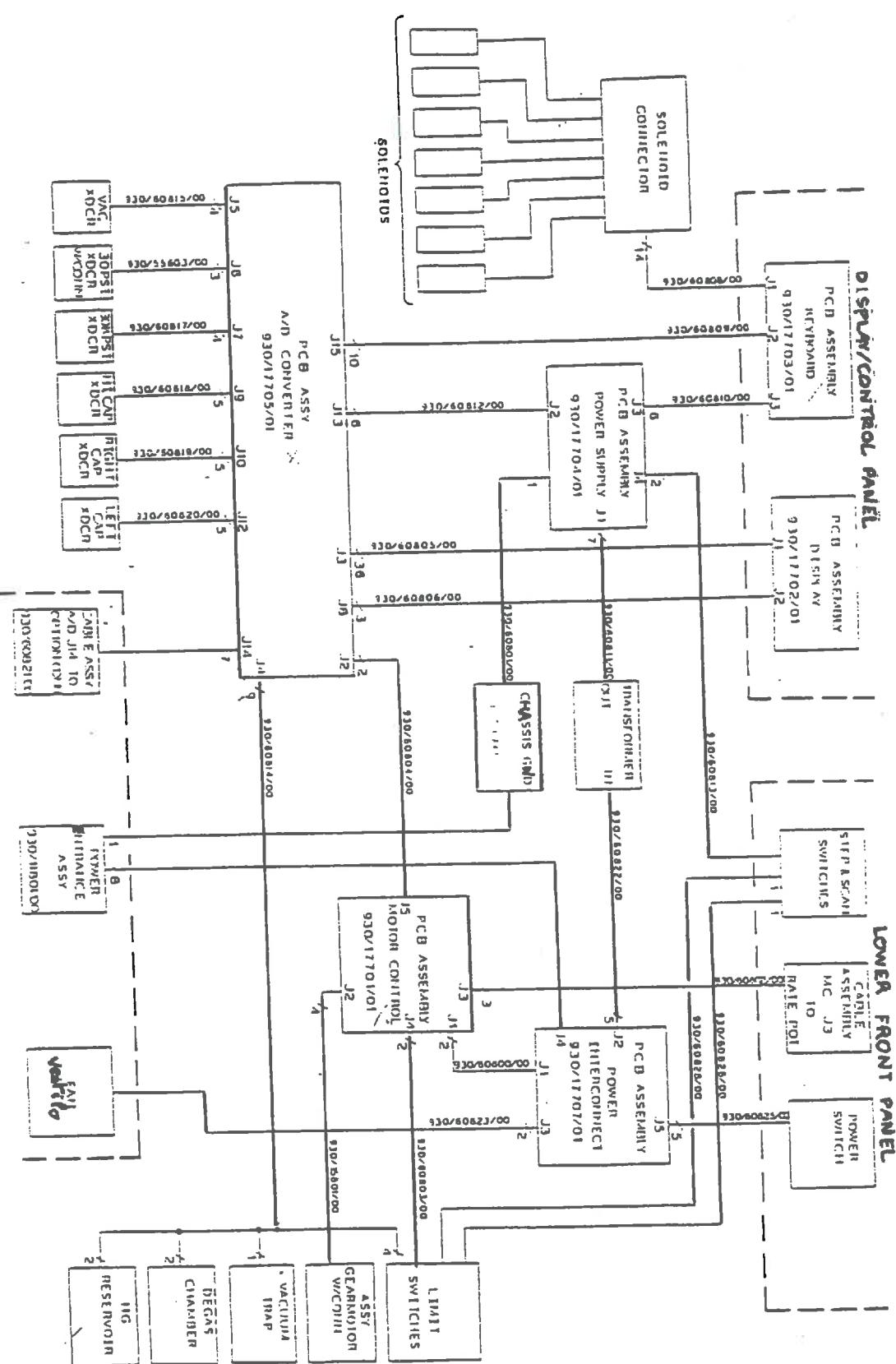


Fig .8: Schéma général du porosimètre:  
Éléments électroniques et électrotechniques.

### **III. AUTOMATISATION DU POROSIMETRE.**

La description de la manipulation nous permet de voir que l'automatisation est nécessaire. Cependant toutes les parties du porosimètre ne doivent pas être automatisé. Seul l'aspect récupération des mesures et action des commandes nous intéresse. L'automatisation précédente a tenu compte de ces aspects. Nous suivrons ce modèle mais la conversation entre PC et porosimètre changera. En effet nous utiliserons une carte d'acquisition de données et une carte de sorties analogiques.

#### **1. CARACTERISTIQUES DE L'AUTOMATISATION.**

Nos objectifs dans cette automatisation consiste à récupérer les données des mesures de pression et les données de mesures de capacités. Pour conduire ces mesures il est aussi nécessaire que cette automatisation pilote une électrovanne et un moteur. En effet, ces deux éléments permettent l'incrémentation en pression dans les postes de mesures. Nous allons donc décrire les moyens de récupérer les signaux des capteurs ou des commandes.

##### **A. Récupération des signaux.**

Nous allons donc récupérer les signaux à partir du circuit électronique du porosimètre (voir fig.9). Le constructeur du porosimètre a pu nous fournir les plans de ce circuit ce qui a facilité cette reconnaissance. Le porosimètre contient trois circuits imprimés:

- La première permettant, l'acquisition des signaux et la conversion en pression et en capacité, ainsi que la commande du moteur et des électrovanne.
- Le deuxième est une carte d'alimentation qui est nécessaire pour les capteurs et divers éléments du porosimètre.
- Le troisième permet la manipulation du porosimètre, elle constitue le tableau de commande.

Nous utiliserons la première carte dont le schéma est visible Fig.9 Sur cette carte nous pouvons remarquer des prises recevant les signaux des capteurs et les alimentant via la carte d'alimentation.

Dans un premier temps, il connaitre les caractéristiques de chacun des capteurs et des commandes utilisés. Les capteurs de pressions et de capacités nous délivrent des tensions continues en fonction des pressions et des capacités.

Des points test sont judicieusement placés aux différentes sorties des capteurs . Il est donc très facile de tester la tension délivrée par chacun d'eux. Dans un premier temps une manipulation est nécessaire pour observer l'étendue de la gamme.

En effet celle-ci doit être comprise entre 0 et 5V compte tenu des propriétés des cartes d'acquisition.

Après manipulation, nous remarquons que pour les capteurs de pression les tensions aux bornes du capteurs ne peuvent pas être mesurées par la carte d'acquisition.

Pour le capteur basse pression, nous allons récupérer le signal au point test Jaune (TP5). En effet le signal est compris entre 0 et 5V, alors qu'aux bornes du capteur (point test Jaune TP3), le signal dépasse 5V.

Pour le capteur haute pression, nous n'avons pas ce problème, donc on peut récupérer le signal aux bornes du capteur (point test Jaune TP4).

Les commandes d'incrémentation en pression constituées par une électrovanne et un moteur, ne nécessite pas une récupération des signaux.

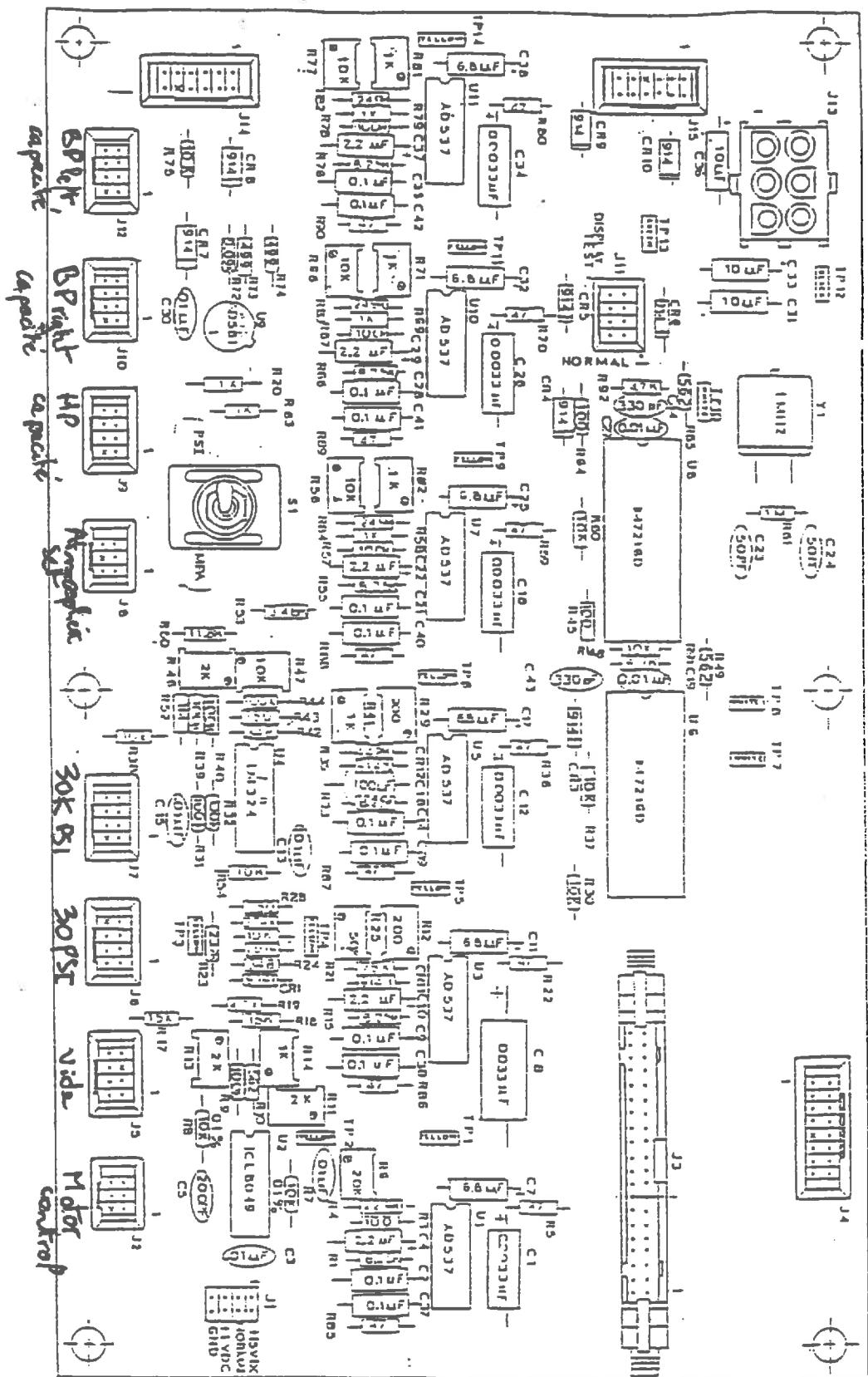


Fig.9: Schéma du circuit imprimé gérant la réception des mesures, la commande des moteurs et des électrovannes.

L'électrovanne s'ouvre quand on lui impose du 15V, tandis que le moteur fonctionne quand on lui impose du 22V.

Le changement du moteur et donc la décroissance en pression, est dû à un changement de sens dans les armatures du moteur. Un interrupteur nous permet ce changement de sens donc nous commanderons cet interrupteur. De même, l'ouverture et la fermeture de l'électrovanne sont commandés par un interrupteur.

## **2. INTERFACE POROSIMETRE-PC.**

### **A. Lieux de branchements sur le porosimètre.**

La liaison matérielle consiste à souder des fils aux points test utilisés et les relier, grâce à une barrette de connexion, à la nappe conduisant aux cartes. On reliera la masse de chacun des canaux à la masse du porosimètre, puis on affecte un canal pour chaque sortie de capteurs. Pour tester les signaux nous avons appliqué un multimètre entre la masse et la sortie des différents capteurs. Cependant le constructeur nous indique sur sa notice que les tensions délivrées par chaque capteurs ne sont pas directement proportionnelles aux pressions lues sur le porosimètre, il faut donc procéder à un étalonnage. Cependant d'après lui, les capteurs de capacités délivrent 5mV/pF.

Pour les commandes, on procéde à la même réalisation matérielle mais avec la carte de sorties analogiques. On affectera un canal pour la marche avant du moteur, un canal pour la marche arrière et un canal pour la commande de l'électrovanne.

### **B Interface pour la lecture des pressions et des capacités.**

Pour permettre ces lectures, nous avons voulu réaliser un interface entre l'ordinateur et l'appareil, à travers une carte d'acquisition de données. En fait, on désire lire les mesures en utilisant les signaux de réponses des différents capteurs. Pour cela, nous utiliserons une carte d'acquisition de données (AX5210).

La carte AX5210 est une carte d'entrées analogiques et digitales.

Pour utiliser les différentes parties de la carte, les entrées analogiques et digitales, il convient de configurer certains registres de la carte. Ceux-ci permettent, inclus au programme, de définir le rôle de la carte dans l'application en cours.

La carte contient une adresse de base qui permet d'appeler les registres de la carte.

L'adresse de base de cette carte est codé en hexadécimal sur 8 bits (H300). Tout ces regitres sont adressés à partir de l'adresse de base de la carte. L'utilisation d'un registre est définit par un mode de lecture ou d'écriture sur le registre.

Cette carte présente des canaux qui permettent de receuillir une tension analogique et de la convertir en mot binaire codé sur 12 bits. Le mot binaire une fois traité par un algorithme, nous permettra de lire les tensions acquises en pressions ou en capacités mesurées. Elle présente un gain programmable qui permet de mesurer des tensions dans une échelle plus petite.

Chacun de ces canaux ne peut recevoir qu'une tension comprise entre 0 et 5 Volts. Une description des registres est visible en Annexe 2.

### **C. Commande du moteur et de l'électrovanne.**

La commande du moteur et de l'électrovanne se fait indirectement. Nous commanderons en fait les interrupteurs les concernant sur le porosimètre. En effet, l'automatisation précédente a nécessité ce système, il est donc judicieux de le conserver pour l'utiliser.

En fait, chacun de ces interrupteurs a son entrée et sa sortie prolongés par des fils, puis ceux-ci sont reliés au circuit d'automatisation. Le contact entre ces fils met en route l'élément mis en cause.

Nous allons donc élaborer un circuit contenant des relais, qui par assujettissement via la carte de sorties analogiques commandera le contact entre les fils et jouera le rôle des interrupteurs précédents.

Pour cela nous avons élaboré un circuit classique de commande par relais. Les relais utilisés doivent recevoir une tension de 12V pour qu'il puissent s'ouvrir et se fermer. Cependant pour commander ces relais, on utilise un circuit utilisant des transistors et des résistances qui quand on applique une tension de 5V à l'entrée, laisse passer le 12V aux bornes du relais, et permet ainsi son ouverture et sa fermeture. Nous sommes obligés de passer par ce type de circuit car la carte ne fournit que du 5V.

Bien évidemment, on réalise 3 circuits de ce type, un pour la commande de l'électrovanne, un pour la marche avant du piston et un dernier pour la marche arrière du piston. 3 canaux numériques/analogiques de la carte doivent être programmés pour fournir du 5V. Ensuite dans le programme il suffit d'appeler les canaux ainsi configurés pour commander l'incrémentation en pression. En appliquant 0 volt, on arrête le moteur ou l'ouverture de l'électrovanne.

Les relais seront commandés par la carte de sortie analogique AX 5212. C'est une carte très simple d'emploi, qui fournit du courant ou de la tension, contrairement à la carte précédente, elle lit un registre codé décimal pour le transformé en une tension ou courant.

La tension est encore ici codé sur 12 bits.

L'adresse de base est H200 pour éviter tout conflit avec d'autres carte ou d'autres périphériques de l'ordinateur déjà adressé

Cette carte est simple d'utilisation car elle nous présente un registre de 12 bits par canal. On peut donc au total utiliser 8 canaux pour fournir une tension. Un détail de la configuration de cette carte est visible en Annexe 2.

### **3.CONVERSION ANALOGIQUE/NUMERIQUE ET NUMERIQUE/ANALOGIQUE.**

La conversion analogique est possible grâce à un interface dans le PC. A l'aide de ces cartes, on transforme une donnée analogique, ici une tension, en mot binaire, exploitable par le PC. Nous utilisons un système de transmission parallèle qui permet une vitesse de transmission rapide mais impose une liaison matérielle entre le PC et ici, le porosimètre, courte.

Les cartes multifonctions utilisées permettent de faire des entrées et sorties, numériques/numériques, des entrées analogiques/numériques et des sorties numériques/analogiques.

#### **A. Conversion analogique/numérique.**

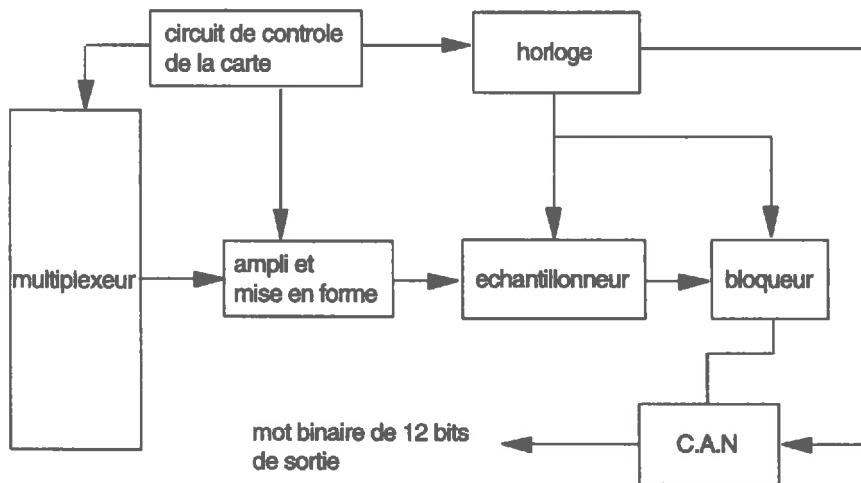
Les entrées analogiques/numériques plus communément appelées CAN (Convertisseur Analogique Numérique) sont au nombre de 16 dans la carte multifonctions utilisé (carte AX5210). Cette carte peut recevoir 5V maximum, mais elle est pourvue d'un gain programmable.

La conversion consiste à échantillonner le signal reçu, ceci consiste à faire alors une analyse de spectre dans le domaine fréquentiel. La vitesse d'horloge qui pilote l'échantillonnage, est obtenu grâce au théorème de Shannon:

- Fréquence de l'horloge doit être supérieure à deux fois la fréquence harmonique la plus haute du signal.

Grâce à cette condition, l'horloge règle le départ et la fin de l'échantillonnage.

Fig.10 Déroulement de la conversion analogique/numérique



Le circuit de contrôle de la carte permet la distribution du signal dans l'un des canaux en agissant sur le multiplexeur. Il détermine le temps de conversion, dans notre cas la vitesse d'horloge est de 30 kHz.

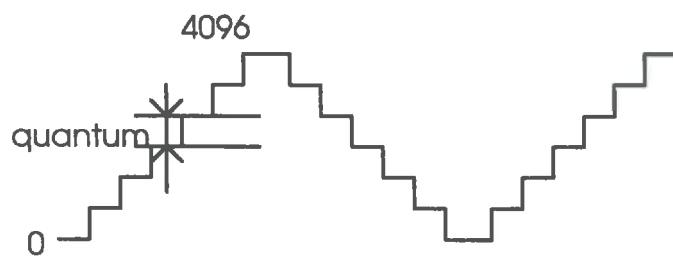


Figure 11: signal sinusoïdal quantifié codé sur 12 bits (de 0 à 4096).

Cette horloge détermine le temps d'échantillonnage, le temps de blocage et le temps de conversion. Elle permet aussi la synchronisation du déclenchement de ces éléments.

Le signal provenant du multiplexeur est amplifié, lissé (pour avoir une sinusoïde parfaite), puis échantillonné (voir figure 11). Une fois échantillonné, le signal passe par un bloqueur qui maintient le signal constant entre deux coups d'horloge, le CAN peut alors codifier le signal sur 12 bits dans notre cas.

A partir de cette conversion, il est nécessaire d'établir un certain nombre de paramètres qui permettront de lire le mot binaire reçu en tension par exemple, stocké dans les registres.

Pour cela nous devons définir:

- la résolution:

$$R = \frac{1}{2^n}$$

n étant le nombre de bits servant au codage des mesures sur la carte d'entrée, n=12 dans notre cas.

Cette résolution nous montre la précision d'échantillonnage. A partir d'elle nous pouvons calculer le quantum qui est en fait la tension minimale entre deux niveaux échantillonnés.

La carte nous renseigne sur les limites de tensions mesurables. Notre carte peut mesurer de -5V à 5V.

A partir de ces caractéristiques nous pouvons en déduire le "Range" et le quantum.

$$\text{Range} = V_{\text{max}} - V_{\text{min}} = 10V. \quad \text{Quantum} = \frac{\text{Range}}{2^{\text{nbits}}} = \frac{10}{4096} = 2.4 \text{ mV}$$

L'incertitude lié à la conversion est de 2.4 mV dans notre cas.

La plage de tension utilisé est 0 à 5V, donc nous n'utilisons pas de gain.

Après avoir défini tous ces paramètres, ceux-ci vont être utiles pour transformer le mot binaire reçu, en tension lue sur l'écran de l'ordinateur.

Tout d'abord notre mot binaire est codé sur 12 bits. L'octet bas (LSB) est codé sur 4 bits et l'octet haut (MSB) sur 8 bits (voir Annexe 1)

Donc la tension mesurée est codée. Ce code décimal devra être compris entre 0 et 4095.

L'octet bas est codé sur les 4 derniers bits du registre (codé de 16 à 255), et l'octet haut est dans un autre registre, codé de 0 à 255. Donc il faut créer une conversion pour lire ces deux octets sur 12 bits.

Notre mot binaire appelé ici code pourra être converti de la manière suivante:

$$\text{code} = (\text{octet haut} * 16) + (\text{octet bas} / 16)$$

Représentons les registres de la manière suivante:

7	6	5	4	3	2	1	0
D3	D2	D1	D0	X	X	X	X

Les bits 4-7 (D0-D3) définissent l'octet bas sur 4 bits de la conversion (LSB).

7	6	5	4	3	2	1	0
D11	D10	D9	D8	D7	D6	D5	D4

Les bits 0-7 (D4-D11), définissent l'octet haut de la conversion (MSB).

Si on veut coder le mot sur 12 bits, il faut que les bits D0 à D3 soient codés de 1 à 8, et les bits D4 à D11 de 16 à 4096. Pour le LSB si on divise l'octet codé en décimal par 16, alors il

sera codé de 1 à 8, on aura fait une sorte d'inversion dans le registre. Le MSB codé devra être quand à lui multiplié par 16 pour être codé de 16 à 4096 et non plus de 1 à 256.

Quand le code est sur 12 bits, la tension correspondante est calculée de la manière suivante:

$$\text{tension mesurée} = (\text{code} * (\text{quantum} / \text{gain})) - (\text{offset/gain})$$

On peut ainsi lire sur l'écran la tension convertie et donc mesurée par le CAN.

### **B. Conversion numérique/analogique.**

La conversion numérique/analogique est l'inverse de ce que nous avons décrit précédemment. En effet le but est maintenant de générer une tension analogique à partir d'un mot binaire décidé par l'utilisateur via le PC. Ce convertisseur est appelé CNA (Convertisseur Numérique Analogique).

La carte que nous utilisons est une carte de sorties analogiques (AX5212). Nous utilisons 12 bits pour la conversion et l'écriture de la tension voulue. Pour l'application nécessitant cette carte, nous ne devons envoyer que du 5V. Pour des raisons de simplicité, nous ne sommes pas passé par un interface utilisateur, mais nous avons directement imposé la tension nécessaire dans le programme. Pour cela il fallait simplement écrire dans les 12 bits. Cette carte aussi présente un octet haut et un octet bas. L'octet bas est codé sur 8 bits et l'octet haut sur 4 bits. Donc il fallait simplement écrire 15 dans le MSB, et 255 dans le LSB.

## **4. PROGRAMME DE GESTION DE LA MANIPULATION.**

En vue de l'élaboration du programme régissant les mesures, il est nécessaire de réaliser un organigramme décrivant les différentes séquences de l'automatisation.

Nous découperons l'organigramme général en trois parties qui correspondent au trois parties de mesures. C'est à dire:

- mesures en basses pressions de 0.003MPa à 0.01 MPa (voir figure.12) ;
- mesures de 0.01 à 0.014 MPa ( grâce à l'intrusion d'azote) voir figure.13 ;
- mesures en haute pression de 0.01 MPa à 150 MPa (voir figure.14).

Dans cet organigramme nous tiendrons compte des conditions de validité de mesures de pressions ainsi que des conditions des validité des mesures de capacités. Ces conditions de validité sont expliquées ultérieurement. Les actions entreprises par le manipulateur ne sont pas présentes sur l'organigramme, à savoir:

- l'installation du pénétromètre dans les différents postes;
- la montée ou la descente du mercure dans les réservoirs;
- l'ajustement de la pression de départ ( par le vide ou le potentiomètre ).

Nous ne représenterons dans cet organigramme que les aspects concernant le déroulement des mesures selon le programme.

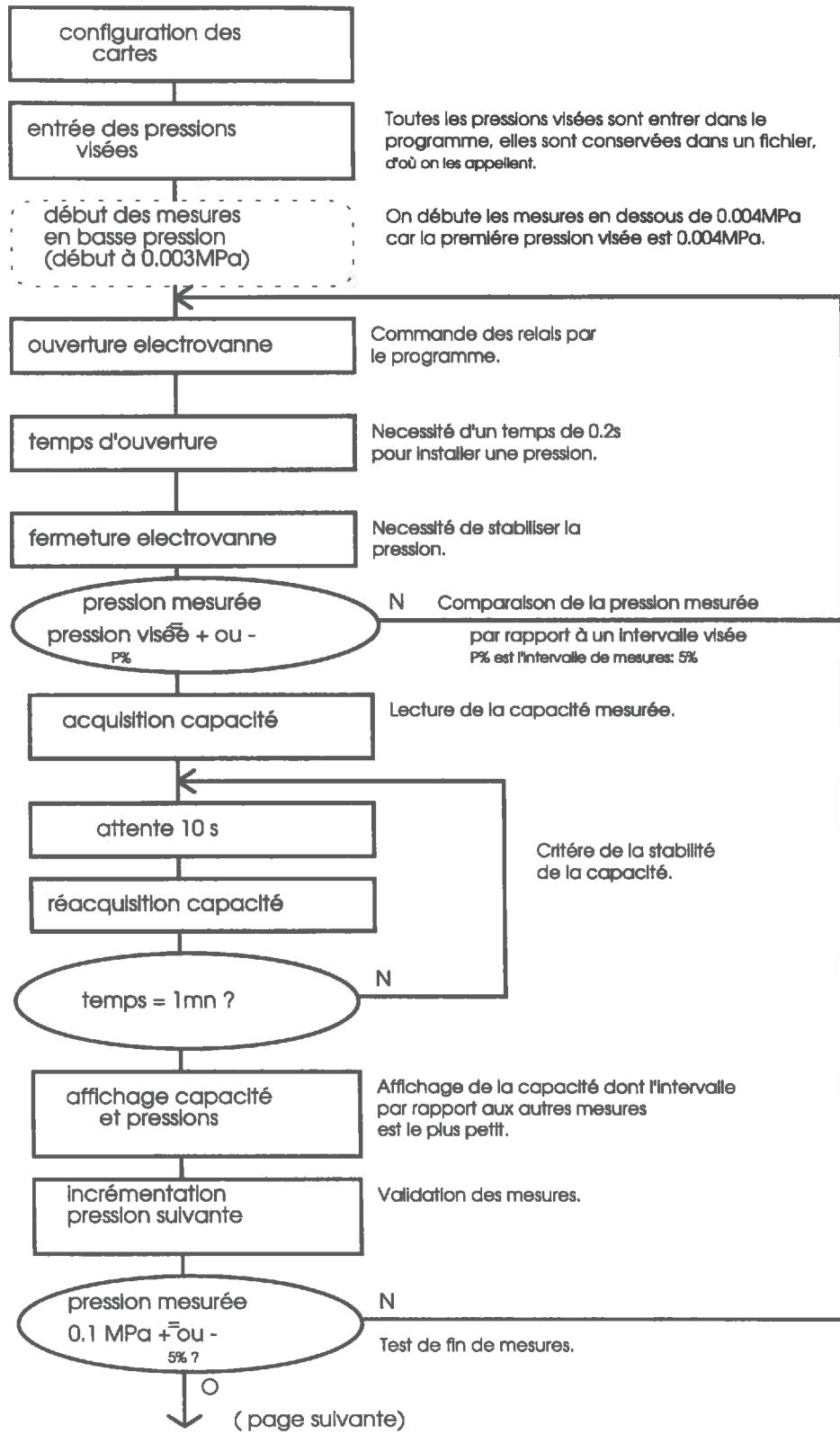


Figure.12: Organigramme des mesures en basse pression

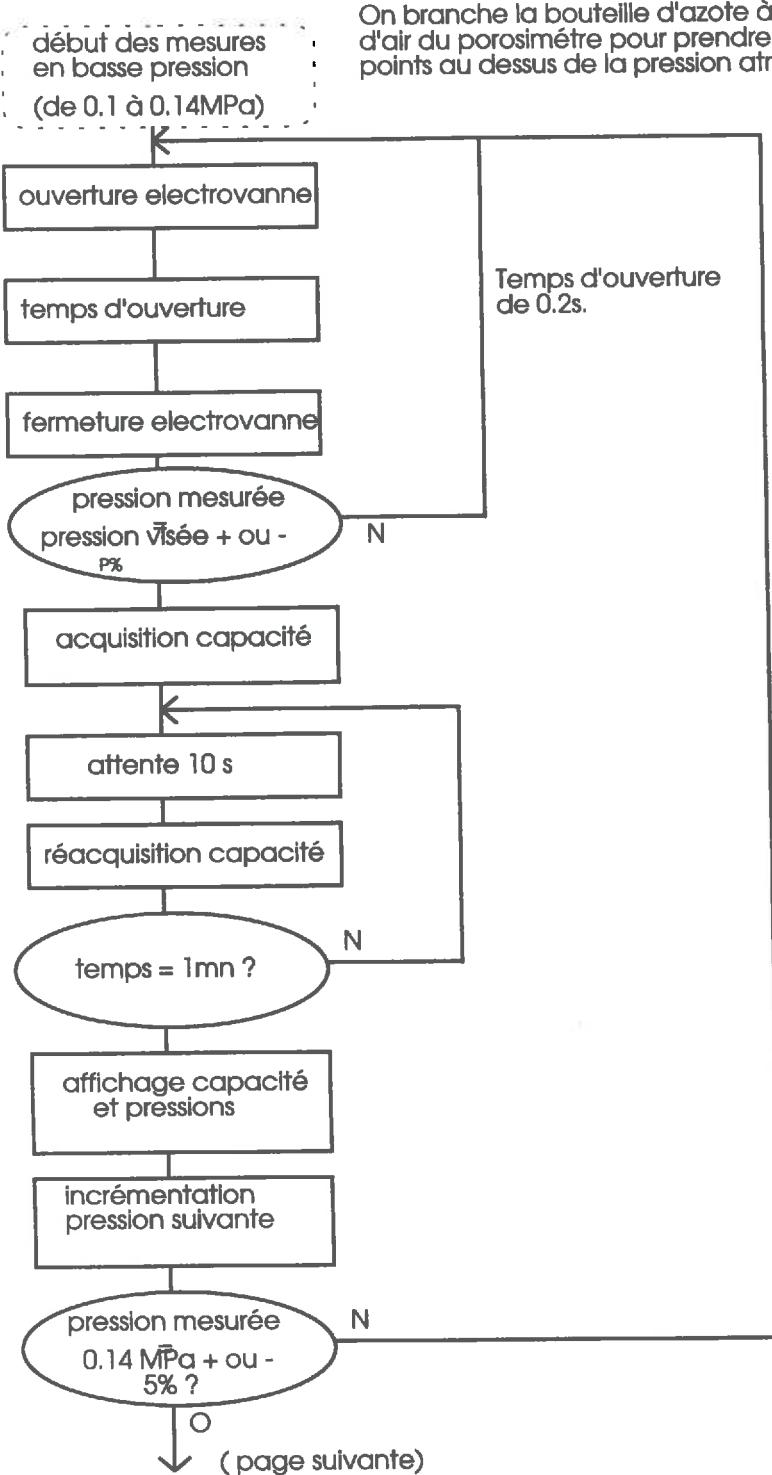


Figure.13: Organigramme des mesures, dans le poste basse pression de pressions au - dessus de la pression atmosphérique.

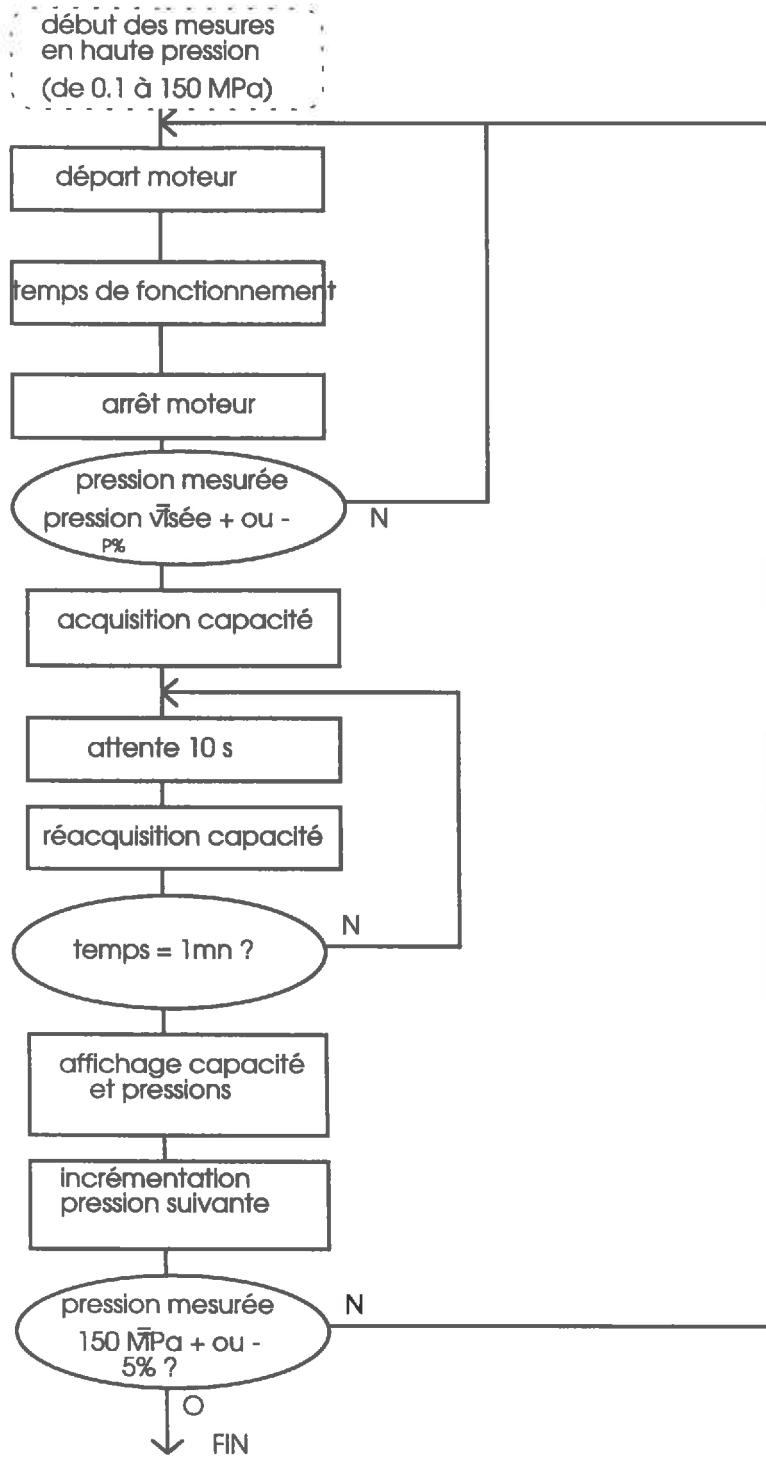


Figure.14: Organigramme des mesures en haute pression.

## 5. CONDITION DE VALIDITE.

Ci-dessus nous avons décrit les aspects séquentiels de la manipulation mais une certaine part du travail a consisté à définir les critères de stabilité des pressions et de capacités ainsi que la validité des résultats.

Pour ce qui est des critères de stabilité, nous avons vu précédemment que les capteurs étaient étalonné selon la méthode décrite précédemment. Le fait de recueillir 200 mesures de tensions et d'en faire la moyenne, implique déjà un critère de stabilité pour les tensions. Mais pour les pressions, nous ne recherchons pas à atteindre une pression précise, car il est fort probable que nous l'aurons pas précisément ( déficience du moteur, réglage de la pression de départ...), alors le but est de viser un intervalle de pression.

Nous décidons nous même de l'intervalle des mesures de pressions. Les pressions visées sont définis dans un tableau de valeur lequel peut être modifié ultérieurement.

Ainsi nous visons une pression à plus ou moins 5% de cette pression. En effet nous considérerons comme valide la mesure de pression que lorsque que la pression mesuré sera dans l'intervalle considéré. Ce test déterminera l'incrémentation en pression, s'il a lieu ou non. Une fois que la mesure est validé, il faut maintenant procéder à la mesure de capacité. Là aussi on détermine un critère de stabilité. On désire, à une pression constante, mesurer 6 valeurs de capacités toutes les 10 secondes. De cette manière nous avons 6 mesures pendant une minute. Une fois ces 6 mesures établies, on calcule la différence entre chaque capacité. Pour définir le critère de stabilité de la capacité, on décide de calculer les différence entre chaque capacité. On obtient donc des écarts entre chaque capacité, si l'un d'entre eux est inférieur ou égal à 1%, alors on décide que la mesure de capacité est bonne.

Il est à noter que ce critère d'1% est aussi défini par l'utilisateur. En fait ces deux critères sont ceux utilisés par l'automatisation précédente. Quand cette mesure est validé, on peut incrémenter en pression et refaire le test sur toute la gamme de mesures.

Cependant, pour le poste haute pression il est nécessaire de rajouter un test de pression avant l'acquisition de la mesure. En effet pendant la mesure de la capacité, il est possible que la pression diminue, à cause de l'intrusion du mercure, et par conséquent de la dépression d'huile.

Nous avons ainsi défini les différents critères de stabilité de la manipulation.

## **6. ETALONNAGE DES CAPTEURS DE PRESSIONS.**

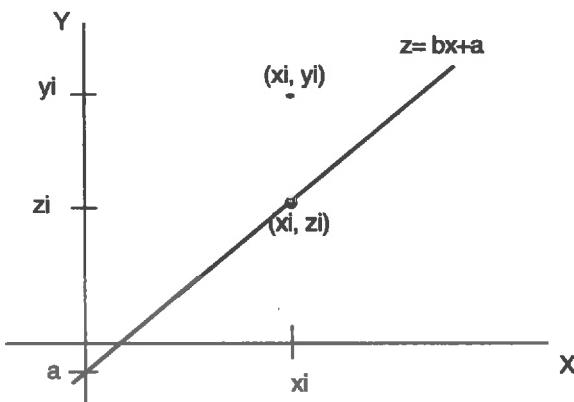
L'étalonnage des capteurs de pression consistera à établir une relation entre la tension délivrée et la pression voulue. Pour cet étalonnage, il n'est pas utile d'installer un pénétromètre. La mesure de pression est prise après une stabilité de 30 secondes au minimum.

Dans un premier temps, on effectue la manipulation comme décrite dans la première partie. Ensuite on note les tensions lues quand on incrémente la pression. Cependant un problème survient dans l'acquisition de la tension. En effet quand on lit la tension à une pression donnée, on se rend compte que le convertisseur A/D nous donne une tension qui varie au cours du temps. Ceci est dû au fait que le convertisseur peut détecter d'infimes variations (compte tenu de l'erreur de quantum décrite précédemment). Pour éliminer ce problème, nous avons décidé de ne pas faire une seule conversion, mais 200 mesures de tensions et d'en prendre la moyenne. De ce fait nous avons des valeurs de tensions dont la variation est négligeable. Le temps de conversion étant de  $25\mu s$ , nous avons pu nous permettre tant de mesures. Après ces prises de mesures, il est nécessaire de trouver un modèle mathématique. Nous avons utilisés donc la régression linéaire pour voir si la réponse du capteur est linéaire. Dans le cas contraire, nous essayerons d'autres modèles mathématiques.

### **A. La régression linéaire.**

La régression linéaire est une méthode statistiques qui permet de caractériser la linéarité entre des points de mesures.

En effet lorsque nous effectuons des mesures, nous obtenons une multitude de points qui constituent un nuage de points. Ce nuage de points peut permettre d'établir l'équation de la droite représentative (voir figure ci - dessous):



Graphique de l'estimation  $z = bx + a$

Le couple ( $x, y$ ) est un couple appartenant aux mesures effectuées, on définit ensuite le couple ( $x, z$ ) pour lequel  $z$  sera l'estimation de  $y$  par rapport à la droite  $z = ax + b$ . Cependant compte tenu de la multitudes de points mesurés il est nécessaire de trouver la droite qui passe par le plus grand nombre de points. Pour cela, on utilise la corrélation. En effet pour définir la pente ( $b$ ) de la droite, on utilise:

$$b = r \frac{S_y}{S_x} \quad \text{ou:} \quad - r \text{ est le coefficient de corrélation}$$

$$S_y = \left[ \frac{\sum (y - z)^2}{N} \right]^{\frac{1}{2}}, \text{avec } N \text{ le nombre d'individus,}$$

$$S_x = \left[ \frac{\sum (x - \bar{x})^2}{N} \right]^{\frac{1}{2}} \text{ est la variance de } x.$$

$b$  est ainsi la pente de la droite.

On calcule ensuite l'ordonnée à l'origine grâce à la moyenne de x et y.

$$a = \bar{y} - b \bar{x}$$

On considère que le modèle mathématique est le meilleur lorsque la corrélation  $r^2$  est très voisine de 1, à moins de 1% près. L'ordinateur possède des outils qui calculent directement la corrélation, la pente et l'origine .

## 7. INTERPRETATION DES RESULTATS DE L'ETALONNAGE.

### A. Etalonnage du capteur basse pression

Après avoir décrit le processus d'étalonnage, il convient d'expliquer les résultats obtenus ainsi que les différentes manières d'étalonner que nous avons faits. Au départ nous avons souhaité trouver un modèle linéaire pour le capteur de basse pression, et sur toute sa gamme de mesures. Après avoir procéder à l'étalonnage précédent nous avons remarqué après les résultats que:

- la pression mesurée était très voisine de la pression visée;

Nous avons calculé de même la différence entre la pression mesuré et la pression estimé pour pouvoir apprécié l'erreur entre les deux mesures.

Dans le tableau suivant (tableau 1), nous retrouvons les valeurs de pressions voulues, les valeurs mesurées grâce à la carte d'acquisition, les résultats de la régression linéaire (  $r^2$ , pente de la droite, second membre de l'équation).

A partir de ces résultats, on en déduit la droite caractéristique du capteur:

$$\text{pression mesurée} = \text{tension mesurée} * 2.99E-02 + 0.000422$$

La pression est en MPa et la tension en Volts.

mesures en basse pression

P mesurée	Tension	P estimée	Pmes-Pestim
MPa	mV		

0.004	120.1	0.004	-1.7E-05
0.006	199.6	0.006	-0.0004
0.008	258.5	0.008	-0.00016
0.01	312.2	0.010	0.000233
0.015	488.5	0.015	-4.3E-05
0.02	652.3	0.020	5.39E-05
0.025	813.9	0.025	0.000217
0.03	969.1	0.029	0.000572
0.035	1158.5	0.035	-9.7E-05
0.04	1314.1	0.040	0.000246
0.045	1494.8	0.045	-0.00016
0.05	1667.2	0.050	-0.00032
0.055	1835.7	0.055	-0.00037
0.06	1979.7	0.060	0.000324
0.065	2157	0.065	1.72E-05
0.07	2327	0.070	-7.1E-05

Résultats :	
Second membre	0.000422
R carré	0.999938
Coefficient(s) X	2.99E-05

0.075	2493.6	0.075	-5.7E-05
0.08	2655.6	0.080	9.38E-05
0.085	2829.6	0.085	-0.00011
0.09	3000.9	0.090	-0.00024
0.095	3161.9	0.095	-6E-05
0.1	3315.2	0.100	0.000351

Tableau 1: Etalonnage du capteur basse pression.

### **B. Etalonnage du capteur haute pression**

L'étalonnage du capteur de pression en haute pression a nécessité plusieurs manipulations. Nous avons voulu étalonner le capteur sur toutes sa gamme de mesures comme nous l'avions fait pour le capteur précédent. Cependant compte tenu de l'étendue de mesures ( de 0.014 à 200MPa), il n'était pas certain d'obtenir un résultat probant.

En effet, la courbe obtenu fut assez linéaire, la corrélation était très satisfaisante, mais l'erreur obtenu entre la pression mesurée et la pression visée était trop forte. De ce fait nous avons procéder à un autre étalonnage: de 0.1 à 1 MPa, de 1.5 à 10 MPa puis de 15 à 70 MPa.

Nous avons découper la gamme de mesures en trois parties. Pour chacune de ces parties, nous avons déterminé la courbe d'étalonnage et l'erreur entre les pressions visées et mesurées. De ce fait la précision est améliorée. Les résultats sont visibles dans le tableau suivant (Tableau 2):

mesures Haute pression

P mesurée MPa	Tension mV	P estimée MPa	pmes-pest
0.1	30.5	0.12	-0.02229
0.15	31.6	0.17	-0.01961
0.2	32.4	0.20	-0.00403
0.25	33.2	0.24	0.011556
0.3	34.2	0.28	0.018536
0.35	35.5	0.34	0.01261
0.4	36.7	0.39	0.010986
0.45	37.9	0.44	0.009362
0.5	39.1	0.49	0.007738
0.55	40.5	0.55	-0.00249
0.6	41.6	0.60	0.000187
0.65	42.7	0.65	0.002865
0.7	44.2	0.71	-0.01167
0.75	45.3	0.76	-0.00899
0.8	46.4	0.81	-0.00631
0.85	47.5	0.85	-0.00363
0.9	48.6	0.90	-0.00095
0.95	49.7	0.95	0.001724
1	50.8	1.00	0.004402
1.5	62.8	1.51	-0.01023
2	74.8	2.01	-0.00987
2.5	86.7	2.51	-0.00535
3	98.3	2.99	0.011668
3.5	110.2	3.48	0.016192
4	122.7	4.00	-0.00427
4.5	134.4	4.49	0.008584
5	146.5	5.00	0.00478
5.5	158.7	5.50	-0.00319

P de 0.1 à 1MPa

Résultats :

Second membre	-1.18982
R carré	0.99852
Coefficient(s) X	0.04302

P de 1.5 à 10 MPa

Résultats :

Second membre	-1.10455
R carré	0.999993
Coefficient(s) X	0.041637 <sup>29</sup>

6.5	182.6	6.50	0.001696	
7	194.7	7.00	-0.00211	
7.5	206.7	7.50	-0.00175	
8	218.8	8.01	-0.00555	
8.5	230.7	8.50	-0.00103	
9	242.7	9.00	-0.00067	P de 15 à 70 MPa
9.5	254.7	9.50	-0.00031	
10	266.7	10.00	5.24E-05	Résultats :
15	388.7	15.03	-0.02713	Second membre -0.97612
20	510.3	20.03	-0.03355	R carré 0.999994
25	631.1	25.01	-0.00703	Coefficient(s) X 0.041171
30	751.4	29.96	0.040068	
35	873.9	35.00	-0.00341	
40	995	39.99	0.010758	
45	1116.7	45.00	0.000221	
50	1236	49.91	0.088494	
55	1358.5	54.95	0.045019	
60	1482.1	60.04	-0.04374	
65	1604.2	65.07	-0.07075	
70	1723.9	70.00	0.001054	

Tableau 2: Etalonnage du capteur haute pression.

Nous avons donc étalonner le capteur haute pression sur 3 gammes de mesures. Nous en déduisons les équations suivantes:

- de 0.1 à 1 MPa: pression mesurée = (tension mesurée \* 43.020) - 1.18982

- de 1.5 à 10 MPa: pression mesurée = (tension mesurée \* 41.637) - 1.10455

- de 15 à 70 MPa: pression mesurée = (tension mesurée \* 41.171) - 0.97612

Lors de cette manipulation, nous n'avons pas pu aller au-delà de 70 MPa à cause d'un joint d'étanchéité défectueux dans le poste haute pression. On considérera donc que l'équation établie dans ce domaine de mesures est valable pour des pressions supérieures à 70 MPa. Dès lors que ces équations sont établies, on peut les insérer dans le programme pour pouvoir lire les tensions reçues en pressions mesurées.

#### **IV. CONCEPTION DU PROGRAMME**

Le programme gérant la manipulation doit être élaboré de manière à être convivial. Il doit comporter les descriptions de chaque action manuelle avant la mise en route des mesures (installation du pénétromètre, installation du vide, ajustement des pressions...).

Ensuite l'utilisateur doit pouvoir suivre les mesures sur l'écran (création de tableaux de mesures) puis il doit pouvoir exploiter les mesures effectués n'importe quand (sauvegarde des mesures dans un fichier). Le programme principal quand à lui gère tout les aspects séquentiels de la manipulation selon les organigrammes ci-dessus. On notera qu'il est possible de créer un fichier contenant les caractéristiques du pénétromètre et de l'échantillon.

Le programme a été partiellement réalisé:

En effet le programme principal a été réalisé pour le poste basse pression, donc le système est exploitable pour les mesures en basse pression. Pour les mesures en haute pression, le programme est à revoir car il connaît quelques petites imperfections. La convivialité du système a été mis en place, mais mérite quelques aménagements.

Il faut en effet que le programme guide le manipulateur pour la mise en route de la manipulation. Il doit lui indiquer quand changer de poste de mesures, lui demander confirmation à chaque questions posées et lui indiquer la fin de la manipulation.

Une grande partie du programme a consisté à récupérer les signaux des capteurs, les transformer en pression et en capacité, à commander les éléments permettant l'incrémentation en pression, à instaurer les critères de stabilité et les améliorer.

La partie conviviale du programme n'a pas été élaborée, ni la partie sauvegarde des données. Une partie du programme concernant les prises de mesures et les commandes sont visibles en Annexe 3.

## **V. CONCLUSION**

L'automatisation de cet appareil s'est révélé très intéressante. En effet, elle a nécessité en grande partie une compréhension théorique à propos de porosimétrie, une analyse de l'automatisation à réaliser, le moyen d'y parvenir. L'automatisation ne devait être conçue que pour certaine partie du porosimètre, et surtout les éléments permettant la mesure. Bien entendu, il aurait été possible d'automatiser d'autres éléments tel les électrovannes gérant le vide. Mais cette manipulation doit garder un aspect manuel. La réalisation matérielle entre porosimètre et ordinateur, seul une ébauche du programme a été commencé. Il convient alors maintenant de procéder à la finalité du programme. Celle-ci consiste notamment à l'amélioration de l'interface (convivialité du système), à la prise des mesures en haute pression.

Il est à noter que personnellement, ce stage s'est révélé totalement enrichissant. Non seulement, il m'a permis de travailler en équipe avec des chercheurs, des techniciens pour m'aider dans la manière d'automatiser cet appareil, mais aussi de travailler sur un sujet qui englobait différents domaines scientifiques (électronique, mathématique, informatique).

Le travail qui peut être fait pour améliorer cette automatisation serait:

- un étalonnage des capteurs de capacités grâce au programme;
- améliorer la précision des mesures de pressions visées;
- envisager un programme de sauvegarde des données avec les caractéristiques
- du pénétromètre et de l'échantillon.

# Annexe 1

## **MANIPULATION DU POROSIMETRE.**

Avant toutes manipulations, l'échantillon à étudier doit être absolument sec, car s'il est humide, de l'eau pourrait boucher les pores. De plus le vide ne s'installera pas bien. Pour cela on le passe à l'étuve 105 °C. On notera aussi le poids de l'échantillon.

Ensuite on peut passer à la manipulation à proprement parler.

Dans un premier temps on choisit le pénétromètre qui a le volume et la capacité de pénétration la plus appropriée pour l'échantillon à étudier.

En étant sûr que l'échantillon est sec, qu'on l'a pesé, on l'introduit dans le pénétromètre.

On graisse légèrement le joint du pénétromètre, on le couvre, et on enferme l'échantillon en assemblant le reste du pénétromètre.

On graisse le bout du capillaire pour rendre hermétique l'ensemble.

On installe ensuite l'ensemble du pénétromètre dans l'un des deux postes "basses pressions".

On met en route le Pore Sizer 9300 puis la pompe à vide.

### **A. Tableau de commandes.**

Le tableau de commandes règle toute les opérations de l'utilisateur, et permet la lecture des différents paramètres mesurés. La partie PRESSURE TRANSDUCER régit l'utilisation des capteurs. Deux boutons permettent la lecture de la pression en MPa sur les deux postes, et un autre bouton permet la lecture en micromètres de mercure.

La partie PENETROMETER LOCATION sélectionne le poste utilisé.

EVACUATE SAMPLE est une commande régissant la pression du vide dans le poste basse pression. Ces boutons permettent de sélectionner différents débits, de manière à ne pas commencer le vide en pompant très fort. En effet, un pompage trop brut qui pourrait enlever des morceaux d'échantillons.

Ensuite 4 boutons situés sur le coté de l'appareil, commandent les ouvertures de vannes entre les différents réservoirs de mercure et aussi entre le poste basse pression et le réservoir du haut.

Le moteur entraînant le piston est commandé à partir d'un interrupteur situé sur le bas de l'appareil.

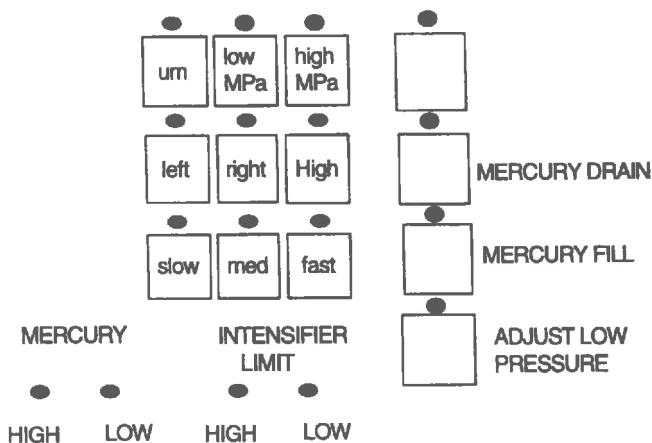


Figure.8: Tableau de commandes.

On sélectionne EVACUATE SAMPLE SLOW et LOW PRESSURE TRANSDUCER, alors le vide s'installe dans le poste lentement et le capteur de pression est sélectionné.

Quand la pression indiquée atteint 0.007MPa, on relâche EVACUATE SAMPLE SLOW, puis on appuie sur EVACUATE SAMPLE MED. le débit de pompage augmente alors dans le poste. La pression étant trop petite pour être lue en MPa, on bascule sur  $\mu\text{m}$  PRESSURE TRANSDUCER, et on lira la pression en micromètres de mercure.

Quand la pression indiquée atteint 250  $\mu\text{m}$ , on relâche EVACUATE PRESSION et on appuie sur FAST EVACUATION SAMPLE, alors le débit est au maximum.

Quand la pression atteint 50  $\mu\text{m}$  de mercure, on appuie sur MERCURY FILL et on le maintient appuyé jusqu'à ce que l'indicateur MERCURY UP s'allume. On aura alors amené le mercure du réservoir du bas au réservoir du haut. On éteint le bouton EVACUATE FAST SAMPLE et on sélectionne LOW MPa TRANSDUCER.

On ajuste la pression de départ entre 0.003 et 0.004 MPa, en appuyant sur ADJUST LOW PRESSURE.

On appuie sur le bouton EVACUATE RESERVOIR, et on attend 20 à 30 secondes ou jusqu'au bruit provenant de la pompe à vide, qui nous indiquera le niveau normal d'opération de la pompe.

On appuie sur le bouton MERCURY DRAIN, jusqu'à ce que l'indicateur MERCURY DOWN s'allume.

On commence l'intrusion de mercure dans le pénétromètre en appuyant sur ADJUST LOW PRESSURE, momentanément pour prendre des points de mesures allant jusqu'à 0.1MPa. On lit ainsi la mesure de capacité en sélectionnant RIGHT CAP, ou LEFT CAP, selon le poste utilisé.

Arrivé à 0.1MPa, on utilise de l'azote pour pouvoir mesurer quelques pressions au dessus de la pression atmosphérique. On injecte alors l'azote dans la chambre basse pression.

Après les mesures, on revient à la pression atmosphérique, puis on peut enlever le pénétromètre pour l'installer sur le poste haute pression.

Le pénétromètre est maintenant vertical, mais on désire mesurer la pression de manière pneumatique dans un premier temps, et juste pour un point équivalent au précédent.

Ce procédé a pour effet de raccorder les courbes de réponse ainsi établi, car le passage du poste basse pression au poste haute pression, provoque ce décalage.

En effet, le poids de la colonne de mercure va intervenir, il faudra donc afficher une valeur de pression qui sera égale à 0.14 MPa moins le poids de la colonne de mercure, et noter la valeur de capacité ainsi obtenu.

Pour réaliser ces mesures, on mesure la pression avec le capteur basse pression, mais la capacité est mesurée par le capteur situé sur le poste haute pression. On relie un tube qui amène l'air sur le pénétromètre en position verticale puis on ajuste la pression voulue à la valeur de pression calculée, ensuite on lit la capacité.

Ceci étant fait, on enlève ce tube et on ferme la chambre pour pouvoir commencer les mesures en hautes pressions.

Les pressions sont obtenues par compression de l'huile par un piston. On appuie sur le bouton PRESSURE SCAN DOWN pour voir si l'indicateur INTENSIFIER LIMIT LOW, s'allume. S'il ne s'allume pas on laisse le moteur en route dans cette direction jusqu'à ce qu'il s'allume. On vérifie si la pression dans le poste haute pression est à la pression atmosphérique ou moins en appuyant sur PRESSURE TRANSDUCER HIGH.

On sélectionne le capteur de capacité haute pression en appuyant sur HIGH PENETROMETER LOCATION. On ajuste la pression atmosphérique au niveau du poste en réglant le potentiomètre SET ATM PRESSURE.

Si on veut mesurer la capacité à différentes pressions, on peut utiliser deux modes de déplacement du moteur, soit en pas à pas, soit en continu. Généralement, on utilise le moteur en continu pour avoisiner la pression voulue, puis le pas à pas pour affiner la prise de pression mais toujours en augmentant la pression.

Cependant, il ne faut pas dépasser la pression voulue pour la mesure car le mercure entré ne ressort pas nécessairement quand on diminue la pression, à cause du phénomène d'hystérésis.

En appuyant sur le bouton PRESSURE SCAN UP, on accroît la pression en déplaçant le piston, qui compresse l'huile. A ce moment l'huile, pressant sur le mercure, l'injecte dans le pénétromètre.

Cependant quand la pression voulue est atteinte, ou du moins quand on est dans le voisinage de la pression, on arrête le moteur puis on attend que l'équilibre s'établisse, de cette manière là on valide la prise de pression . Ensuite on relève la mesure de capacité à différents temps, pour qu'elle puisse s'équilibrer. Avec ces plusieurs mesures de capacités, on définit un intervalle de mesures pour laquelle la mesure de capacité va être validé. On renouvelle ainsi l'expérience sur toute la gamme de pression.

# Annexe 2

## **CONFIGURATION ET ORGANISATION DES CARTES.**

### **1. Description de la carte AX5210.**

Comme cela a été décrit auparavant, nous avons défini pour chaque carte une adresse de base qui sera nécessaire pour utiliser les différents éléments de la carte. La carte AX5210 est une carte d'entrées analogiques et digitales. Elle peut générer des interruptions quand l'utilisateur le désire.

Pour utiliser les différentes parties de la carte, les entrées analogiques et digitales, il convient de configurer certains registres de la carte. Ceux-ci permettent, inclus au programme, de définir le rôle de la carte dans l'application en cours. Tout ces registres sont adressés à partir de l'adresse de base de la carte. L'utilisation d'un registre est définie par un mode de lecture ou d'écriture sur le registre.

#### **Le A/D Data register (base address+0 et base address+1 en lecture seulement).**

Ce registre de données est situé à (Base address+0) et (Base address+1). En mode lecture: ce registre lit l'octet haut et l'octet bas de la conversion, ainsi que le canal où a lieu la conversion.

##### **-Base address+0.**

7	6	5	4	3	2	1	0
D3	D2	D1	D0	C3	C2	C1	C0

Les bits 0-3 (C0-C3) sont utilisés pour spécifier quel est le canal des 16 canaux (0-15) sélectionné en entrée pour la conversion A/D.

Les bits 4-7 (D0-D3) définissent l'octet bas sur 4 bits de la conversion (LSB).

##### **-Base address+1.**

7	6	5	4	3	2	1	0
D11	D10	D9	D8	D7	D6	D5	D4

Les bits 0-7 (D4-D11), définissent l'octet haut de la conversion.

Donc la lecture du LSB et du MSB permet de connaître le résultat de la conversion analogique en une valeur décimale codée de 0 à 4095.

En mode écriture: le registre Base address+0 cause le déclenchement de la conversion et initialise toujours une conversion par déclenchement du logiciel. De même, on efface toutes demandes d'interruptions et on fournit le moyen de reconnaissance des interruptions de la carte AX 5210 et de les autoriser.

#### **Le status register (base address+2 en lecture seulement).**

7	6	5	4	3	2	1	0
X	X	X	X	EOC	INTP	T1	T0

Les bits 0-1 (T0-T1) sont les bits qui indiquent l'action déclenchant la conversion A/D.

T1	T0	
0	X	Départ de la conversion par le logiciel.
1	0	Départ de la conversion sur le front montant d'un déclenchement externe
1	1	Départ par le déclenchement d'une horloge interne; X montre une condition libre.

Le bit 2 INTP est le signal d'interruption. Si l'interruption n'est pas autorisée alors INTP = 0. Après génération d'une interruption ,INTP = 1 restera à l'état haut jusqu'à un reset par écriture dans Base adress+0.

Le Bit 3 EOC indique la fin d'un cycle de conversion.

0 = conversion complété; la donnée est validé.

1 = conversion toujours en cours; la donnée n'est pas validé

Un départ de conversion mettra EOC = 1.

Les bit 4-7 X Ces bits ne servent à rien.

#### Digital input (base adress+3 en lecture seulement).

Ce registre permet d'entrer des données digitales. On sélectionne donc l'entrée utilisé en lisant ce registre

7	6	5	4	3	2	1	0
IP7	IP6	IP5	IP4	IP3	IP2	IP1	IP0

#### Setting gain & channel number (base adress+1 en écriture seulement ).

7	6	5	4	3	2	1	0
X	R2	R1	R0	C3	C2	C1	C0

Les bits 0-3 ( C0-C3) permettent de spécifier le numéro du canal utilisé pour la conversion.

Les bits 4-6 ( R0-R2) spécifient la valeur du gain.

R2	R1	R0	GAIN	RANGE
0	0	0	1	$\pm 5V$
0	0	1	2	$\pm 2.5V$
0	1	0	4	$\pm 1.25V$
0	1	1	8	$\pm 0.625V$
1	1	1	16	$\pm 0.3125V$

Le bit 7 ne sert à rien.

#### Control functions (base adress+2 en écriture seulement).

7	6	5	4	3	2	1	0
X	X	X	X	TRGE	INTE	T1	T0

Les bits 0-1 (T0-T1) contrôlent la source permettant le déclenchement de la conversion.

T0	T1	Action
0	X	Départ par le logiciel.
1	0	Départ sur le front montant d'un déclenchement externe.
1	1	Départ sur le déclenchement d'une horloge interne.

X signifie condition libre.

Le bit 2 INTE autorise ou interdit la génération des interruptions propre à la carte.

INTE = 0: Autorisation.

INTE = 1: Interdiction.

Si INTE = 1, une interruption est générée à la fin de chaque conversion quand la mesure peut être validé, aussi un des niveau d'interruption de la carte doit être 1.

Le bit 3 TRGE autorise ou interdit une source externe du déclenchement de la conversion.

#### Digital Output ( Base adress+3 en écriture seulement).

Ces sorties permettent d'écrire un mot de 8 bits en codé décimal de 0 à 255.

7	6	5	4	3	2	1	0
OP7	OP6	OP5	OP4	OP3	OP2	OP1	OP0

Cette carte contient des horloges internes programmables qui sont adressés de base adress+4 à base adress+7.

#### Mode d'utilisation de la carte.

Nous n'utiliserons pas tout les registres de cette carte. Seul ceux concernant la conversion analogique nous intéressent. En particulier nous utiliserons ceux qui régissent la lecture de la conversion, le choix du canal, le gain. L'utilisation de ces registres permettra alors l'élaboration du programme.

#### 2 .Description de la carte AX5212.

Cette carte nous servira pour l'asservissement de l'électrovanne et du moteur. C'est une carte très simple d'emploi, qui fournit du courant ou de la tension, contrairement à la carte précédente, elle lit un registre codé décimal pour le transformé en une tension ou courant. La tension est encore ici codé sur 12 bits.

L'adresse de base est H200 pour éviter tout conflit avec d'autres carte ou d'autres périphériques de l'ordinateur déjà adressé

Cette carte est simple d'utilisation car elle nous présente un registre de 12 bits par canal. On peut donc au total utiliser 8 canaux pour fournir une tension. Cette carte execute une conversion numérique-analogique (D/A).

#### D/A1 Output register (base adress+0 et base adress+1 en écriture seulement)

Base adress+0.

7	6	5	4	3	2	1	0
B7	B6	B5	B4	B3	B2	B1	B0

**Base adress+1.**

7	6	5	4	3	2	1	0
X	X	X	X	B11	B10	B9	B8

**D/A2 Output register (base adress+0 et base adress+1 en écriture seulement)**

**Base adress+2.**

7	6	5	4	3	2	1	0
B7	B6	B5	B4	B3	B2	B1	B0

**Base adress+3.**

7	6	5	4	3	2	1	0
X	X	X	X	B11	B10	B9	B8

**D/A3 Output register (base adress+0 et base adress+1 en écriture seulement)**

**Base adress+4.**

7	6	5	4	3	2	1	0
B7	B6	B5	B4	B3	B2	B1	B0

**Base adress+5.**

7	6	5	4	3	2	1	0
X	X	X	X	B11	B10	B9	B8

**D/A4 Output register (base adress+0 et base adress+1 en écriture seulement)**

**Base adress+6.**

7	6	5	4	3	2	1	0
B7	B6	B5	B4	B3	B2	B1	B0

**Base adress+7.**

7	6	5	4	3	2	1	0
X	X	X	X	B11	B10	B9	B8

**D/A5 Output register (base adress+0 et base adress+1 en écriture seulement)**

**Base adress+8.**

7	6	5	4	3	2	1	0
B7	B6	B5	B4	B3	B2	B1	B0

Base adress+9.

7	6	5	4	3	2	1	0
X	X	X	X	B11	B10	B9	B8

D/A6 Output register (base adress+0 et base adress+1 en écriture seulement)

Base adress+10.

7	6	5	4	3	2	1	0
B7	B6	B5	B4	B3	B2	B1	B0

Base adress+11.

7	6	5	4	3	2	1	0
X	X	X	X	B11	B10	B9	B8

D/A7 Output register (base adress+0 et base adress+1 en écriture seulement)

Base adress+12.

7	6	5	4	3	2	1	0
B7	B6	B5	B4	B3	B2	B1	B0

Base adress+13.

7	6	5	4	3	2	1	0
X	X	X	X	B11	B10	B9	B8

D/A8 Output register (base adress+0 et base adress+1 en écriture seulement)

Base adress+14.

7	6	5	4	3	2	1	0
B7	B6	B5	B4	B3	B2	B1	B0

Base adress+15.

7	6	5	4	3	2	1	0
X	X	X	X	B11	B10	B9	B8

### Mode d'utilisation de la carte.

Avec cette carte, il suffit simplement d'écrire la tension en codé décimal sur 12 bits en séparant MSB et LSB. Ceux-ci seront localisés à des adresses différentes. A chaque canal correspond deux registres dont l'un constitue le MSB et l'autre le LSB. Pour choisir le canal executant la conversion, il suffit alors d'écrire dans les registres localisés aux base adress correspondants au canal choisi.

# Annexe 3

## **PROGRAMME DES RECUPERATIONS DES TENSIONS ET DE LA COMMANDE DU MOTEUR ET DE L'ELECTROVANNE.**

Nous présentons ici les sous- programme du programme principale, concernant les lectures des tensions provenant des différents capteurs, puis l' envoi de tensions régissant les commande.

### **1. Programme de lectures des tensions.**

Nous avons l'exemple des lectures de tensions pour le capteur de capacités, mais la procédure est la même pour tous les capteurs. Alors nous ne citerons que celui-ci.

```
SUB bcapd STATIC
DIM tenscapd!(205), moy!(205)
***** Configuration des ,l,ments de la carte AX5210*****
bas.adress = &H300
dat.register = bas.adress + 0
Status.register = bas.adress + 2
Digital.input = bas.adress + 3
dat.register2 = bas.adress + 1
Fonction = bas.adress + 2
Digital.output = bas.adress + 3
***** variable de configuration de l'ADC*****
nbits% = 12
resol! = 2 ^ nbits%
Gain.adc% = 0
Gain% = 2 ^ Gain.adc%
Vmax! = 5
Vmin! = -5
offset! = 5
Range! = Vmax! - Vmin!
quantum! = Range! / resol!
Factor! = quantum! / Gain%
***** initialisation des adresses *****
FOR a% = 1 TO 200
OUT dat.register2, 9
OUT dat.register, 9
i = INP(dat.register)
m = i - 1
low% = m / 16
high% = INP(dat.register2)

***** conversion analogique/num,rique *****
code% = high% * 16 + low%
tenscapd!(a%) = (code% * Factor!) - offset! / Gain%
NEXT a%
FOR a% = 1 TO 200
moy!(a% + 1) = (moy!(a%) + tenscapd!(a%))
NEXT a%
cadtens! = moy!(a%) / 200
```

END SUB

## **2. Marche et arrêt du moteur et de l'électrovanne.**

Le programme de commande est le même pour ces deux éléments.

### **A. Marche du moteur et de l'électrovanne.**

SUB mot STATIC

\*\*\*\*\* Configuration des ,l,ments de la carte AX5212\*\*\*\*\*

bas.adress = &H200

high% = 0

low% = 0

OUT (bas.adress + 2), low%

OUT (bas.adress + 3), high%

END

END SUB

### **B. Arrêt du moteur et de l'électrovanne.**

DEFSNG A-Z

SUB mot2

\*\*\*\*\* Configuration des ,l,ments de la carte AX5212\*\*\*\*\*

bas.adress = &H200

high% = 15

low% = 255

OUT (bas.adress + 2), low%

OUT (bas.adress + 3), high%

END