

UNIVERSITE D'ANTANANARIVO



UNIVERSITE D'ANTANANARIVO

FACULTE DES SCIENCES

DEPARTEMENT DE PHYSIQUE



THESE POUR L'OBTENTION DU DOCTORAT
Option : Energétique

Présentée par :
RASAMIMANANA François de Salle

**AUTOMATISATION D'ACQUISITION DE DONNEES
ET DE REGULATION THERMIQUE DES SYSTEMES BIOLOGIQUES**

Soutenu publiquement le : 21 janvier 2006

Devant la commission d'examen composée de :

<u>Président :</u>	M. RAKOTOMALALA Minoson	Professeur Titulaire
<u>Rapporteurs :</u>	Mme RANDRIAMANANTANY Zely Arivelo	Professeur Titulaire
	M. RANAIVONOMENJANAHARY Flavien	Professeur
<u>xamineurs :</u>	M. RAHERIMANDIMBY Marson	Professeur Titulaire
	Mme RANAIVO RABEHAJA Bienvenue	Professeur
<u>Examineur invité :</u>	M. MORANCHO Frédéric (Université Paul Sabatier de Toulouse)	



UNIVERSITE D'ANTANANARIVO

FACULTE DES SCIENCES

DEPARTEMENT DE PHYSIQUE



THESE POUR L'OBTENTION DU DOCTORAT

Option : Énergétique

Présentée par :

RASAMIMANANA François de Salle



**AUTOMATISATION D'ACQUISITION DE DONNEES
ET DE REGULATION THERMIQUE DES SYSTEMES BIOLOGIQUES**

Soutenu publiquement le : 21 janvier 2006

Devant la commission d'examen composée de :

Président : M. RAKOTOMALALA Minoson **Professeur Titulaire**

Rapporteurs :
Mme RANDRIAMANANTANY Zely Arivelo Professeur Titulaire
M. RANAIVONOMENJANAHARY Flavien Professeur

Examineurs :

M. RAHERIMANDIMBY Marson	Professeur Titulaire
Mme RANAIVO RABEHAJA Bienvenue	Professeur

Examineur invité :
M. MORANCHO Frédéric (Université Paul Sabatier de Toulouse)

REMERCIEMENTS

Le présent travail a été effectué au Laboratoire de Thermodynamique, Thermique et Combustion (LTTC) du Département de Physique de la Faculté des Sciences en collaboration avec le laboratoire Energétique de l'Institut pour la Maîtrise de l'Energie (IME), l'Institut Malgache de Vaccins Vétérinaires (IMVAVET), le Laboratoire de Biotechnologie-Microbiologie du Département de Biochimie Fondamentale et Appliquée de la Faculté des Sciences et le Centre Séricicole d'Andohatanjona Mahitsy.

J'exprime ma profonde gratitude à Monsieur RAKOTOMALALA Minoson, Professeur titulaire, Directeur de l'IME, Responsable de l'option "Energétique" de la Formation Doctorale de Physique, d'avoir bien voulu m'inscrire au sein de son équipe. Qu'il me soit permis de lui exprimer mes vifs remerciements, pour avoir accepté de présider le Jury de cette soutenance, malgré ses nombreuses préoccupations.

J'adresse mes vifs remerciements à Madame RANDRIAMANANTANY Zely Arivelo, Professeur Titulaire, Chef du Département de Physique, pour m'avoir proposé ce sujet et pour m'avoir constamment guidé et encouragé dans la réalisation de ce travail.

Je remercie particulièrement Monsieur RAHERIMANDIMBY Marson, Professeur Titulaire, Directeur de l'Enseignement Secondaire, d'abord pour ses précieux et riches conseils pendant les expériences que j'ai effectuées dans son laboratoire, puis pour avoir accepté de siéger dans le jury d'examen du présent travail.

J'adresse mes remerciements chaleureux à Madame RANAIVO RABEHAJA Bienvenue, Professeur, à Monsieur RANAIVONOMENJANAHARY Flavien, Professeur, qui ont bien voulu d'accepter d'examiner le présent travail et d'apporter leurs commentaires ainsi que leurs remarques constructives, malgré leurs nombreuses obligations.

Que Monsieur MORANCHO Frédéric, Maître de Conférences à l'Université Paul Sabatier de Toulouse, venu spécialement faire honneur de juger ce travail, trouve ici l'expression de notre profonde gratitude et qu'il soit assuré de notre totale et sincère reconnaissance.

J'exprime ma profonde reconnaissance à la Direction de l'IMVAVET de nous avoir fait confiance, de nous avoir donné carte blanche pour la mise en place du système de contrôle du bioréacteur.

Mes sincères remerciements vont également à mes collègues de laboratoire, Monsieur ANDRIANANTENAINA Bruno, Maître de Conférences et Monsieur RAKOTOSALAMA Donné, Maître de Conférences, pour les encouragements et soutiens qu'ils nous ont apportés depuis le début jusqu'à l'accomplissement de ce travail.

Mes remerciements vont également à tous ceux qui nous ont apporté conseils et aides tout au long de ce travail.

SOMMAIRE

Remerciements
Liste d'acronymes
Listes des tableaux
Listes des figures
Nomenclature des variables

IINTRODUCTION

1

CHAPITRE I : CONCEPTION ET REALISATION D'UNE UNITE DE REGULATION THERMIQUE D'UN BIOREACTEUR

I.1 PRESENTATION DE LA REGULATION THERMIQUE

I.1.1 Nécessité de la régulation automatique de la température dans les procédés biologiques	2
I.1.2 Structure du régulateur indépendant à réaliser	3
I.1.3 Principe de fonctionnement d'un régulateur automatique de température	3

I.2 CONCEPTION DU DISPOSITIF EXPERIMENTAL

I.2.1 Le montage thermométrique	5
I.2.2 Etude du capteur - Acquisition des caractéristiques	6
I.2.1 Schéma et principe de fonctionnement du module de mesure	7
I.2.2 Système de codage numérique et notation	7
I.2.3 Codes numériques de u_D et i_D .- Résolutions de mesures	8

I.3 EXPERIMENTATION

I.3.1 Pré-réglage et mise au point du dispositif de mesure	9
I.3.2 Acquisition des caractéristiques du capteur	12
I.3.3 Traitement des données	12
I.3.3.1 Nécessité d'une nouvelle base de données	12
I.3.3.2 Constitution du fichier principal : base de données	13
I.3.3.3 Possibilité de synthèse des courbes d'étalonnage du capteur	13
I.3.3.4 Synthèse des courbes de sensibilité du thermomètre	14
I.3.4 Détermination de la résistance R et de la tension de régime u_0 du capteur	
I.3.4.1 Détermination de la résistance R	15
I.3.4.2 Détermination de u_0	16
I.3.5 Mise en essai du thermomètre	
Schéma de principe du montage expérimental	17
I.3.6 Système de chauffage et son bloc de commande	
I.3.6.1 Compérateur et commutateur	18
I.3.6.2 Système de chauffage	19
I.3.7 Essai expérimental du régulateur thermique	19

CHAPITRE 2 : CONCEPTION ET REALISATION D'UN TRACEUR INFORMATISE DE COURBE INTENSITE-POTENTIEL D'OXYDOREDUCTION

II.1 PRESENTATION DES PROPRIETES ELECTRIQUES DES REACTIONS REDOX

II.1.1 Manifestation électrique d'une réaction oxydoréduction et méthode d'analyse	21
II.1.2 Base théorique et conception de la méthode non potentiométrique de mesure	
II.1.2.1 Potentiel électrochimique μ^*	21
II.1.2.2 Potentiel d'électrode et réactions d'oxydation et de réduction	22
II.1.2.3 Changement de potentiel d'électrode et réaction de la solution	24
II.1.2.4 Courbes intensité potentiel	24
II.1.2.5 Règles de priorité	29
II.1.2.6 Concentration et courant de saturation	29
II.1.2.7 Potentiel de demi-vague	29
II.1.2.8 Limitation par le solvant – Domaine d'électroactivité	30

II.2 ETUDE ET REALISATION DE LA NOUVELLE METHODE DE MESURE DU POTENTIEL REDOX

II.2.1 Objectif	31
II.2.2 - Les principaux éléments de mesure à réaliser	
II-2-2-1 les électrodes	31
II-2-2-2 dispositif électronique de perturbation (DEP)	31
II-2-2-3 dispositif électronique de mesure de réaction (DEMR)	32
II-2-2-4 le programme	32
II.2.3 - Principe de fonctionnement	
II.2.3.1 – Perturbation	32
II.2.3.2 Principe du dispositif électronique de perturbation (DEP)	33
II.2.3.3 Principe du dispositif électronique de mesure de la réaction (DEMR)	34

II.3 EXPERIMENTATION

II-3-1 Pré-réglage et mise au point du dispositif de mesure	
II-3-1-1 pré-réglage du DEP	35
II-3-1-2 pré-réglage du DEMR	36
II-3-2 Mise au point du code de courant nul d'électrolyse	36
II-3-3 Recherche préliminaire du potentiel d'équilibre en mode impulsion	37
II-3-4 Sondage en mode escalier	38
II-3-5 Sondage en mode impulsion pour l'eau sucrée fermentée et non fermentée	38
II-3-6 Sondage en mode escalier pour l'eau sucrée fermentée	38
II-3-7 Effet de l'agitation	39
II-3-8 Essai de suivi du potentiel lors de la réaction de K_2MnO_4 sur $FeSO_2$	39

CHAPITRE III :ACQUISITION DE DONNEES A TRAVERS LE PORT PARALLELE

III-1 PRESENTATION ET CONCEPTION DE LA NUMERISATION DE SIGNAUX ANALOGIQUES

III-1-1 Rôle du CNA et son principe de fonctionnement	40
<i>III-1-1-1- Sommateur à 8 entrées et son principe</i>	41
<i>III-1-1-2- CNA à résistances pondérées</i>	42
<i>III-1-1-3- CNA à réseau R-2R</i>	43
<i>III-1-1-3 -1 Détermination des particularités du réseau R-2R</i>	44
<i>III-1-1-3 -2 Détermination de la tension de sortie $U_s(6)$</i>	45
<i>III-1-1-3 -3 Détermination de la tension de sortie U_s du réseau</i>	47
III-1-2 Caractéristiques du CNA	
<i>III-1-2-1 Plage de conversion</i>	47
<i>III-1-2-2 La résolution du CNA</i>	47
<i>III-1-2-3 Précision du convertisseur</i>	48
III-1-3 Rôle du CAN et son principe de fonctionnement	48
<i>III-1-3-1 CAN à rampe</i>	49
<i>III-1-3-2 Mise à profit du port parallèle et conception de CAN à base de CNA</i>	50
III-1-4 Caractéristiques du CAN	
<i>III-1-4 -1 Plage de conversion du CAN</i>	50
<i>III-1-4 -2 Résolution</i>	50
<i>III-1-4 -3 Précision du convertisseur</i>	51

III-2 REALISATION DU CAN A BASE DE CNA

III-2-1 CAN à 5 entrées	
<i>III-2-1-1 Schéma</i>	52
<i>III-2-1-2 principe</i>	52
III-2-2 CAN à 8 entrées	
<i>III-2-2-1 Schéma</i>	53
<i>III-2-2-2 principe</i>	53

III-3 EXPERIMENTATION ET MISE AU POINT

III-3-1 Réglage du zéro et de la pente de la rampe numérique	
<i>III-3-1-1 mise au point du zéro</i>	54
<i>III-3-1-2 Test de la rampe et mise au point de la linéarité</i>	54
<i>III-3-1-3 mise au point de la pente</i>	54
III-3-2 Test de la rampe en marches d'escalier et mise au point de la linéarité	
III-3-3 Réglage du pont diviseur du comparateur pour le signal de retour	

III-4 PROGRAMMES DE PILOTAGE DE CAN

III-4-1 Programme de pilotage pour CAN à 5 entrées	55
--	----

III-5 APPLICATIONS INDUSTRIELLES

III-5-1 Application du thermomètre électronique en sériciculture	56
<i>III-5-1-1 Mise en place des thermomètres et du régulateur thermique</i>	57
<i>III-5-1-2 mesure de l'humidité relative</i>	57
III-5-2 Suivi et contrôle de paramètres d'un bio-réacteur à l'IMVAVET	
<i>III-5-2-1 Principe du système de contrôle</i>	58
<i>III-5-2-2 Tests et Expérimentations</i>	59

Chapitre IV - DISCUSSION

IV.I.1	Acquisition des caractéristiques de la diode	61
IV.I.2	La résolution de mesure de u_D du montage avec et sans amplification	61
IV.I.3	Réglage et mises au point du montage d'acquisition	61
IV.I.4	Analyse du régime du thermomètre	62
IV.I.5	Régulation de température	64
IV.II.1	Influence du potentiel de démarrage U_0	64
IV.II.2	Influence des ions sur l'amplitude des courants d'oxydoréduction	65
IV.II.3	Influence de la durée de la sonde en mode escalier	65
IV.II.4	Influence de la fermentation sur l'eau sucrée	65
IV.II.5	Effet de la durée de la sonde en mode escalier sur l'eau sucrée fermentée	65
IV.II.6	La courbe d'hystérésis obtenue en mode escalier	65
IV.II.7	La courbe obtenue en mode escalier et l'enveloppe en mode impulsion	65
IV.II.8	Effet de l'avancement de la fermentation sur l'évolution en mode impulsion	66
IV.II.9	Effet de l'agitation sur la vitesse de la réaction	66

Chapitre V: RESULTATS 67

CONCLUSION 124

ANNEXE A 125

ANNEXE B 134

LISTE D'ACRONYMES

DEP	Dispositif Electronique de Perturbation
CAN	Convertisseur Analogique Numérique
CNA	Convertisseur Numérique Analogique
DEMR	Dispositif Electronique de Mesure de courant de Réaction
LSB	Least Significant Bit
MSB	Most Significant Bit
Zéro courant	Code numérique du courant réel nul

LISTE DES TABLEAUX

<i>Tableau I.2 1 : Caractéristiques de l'interface</i>	8
<i>Tableau I.3 1 : Paramètres de réglage</i>	11
<i>Tableau I.3 2: Paramètres de mesure des caractéristiques de la diode</i>	11
<i>Tableau I.3.3 Tableau de correspondance entre l'indice m et la température T</i>	14
<i>Tableau III-2-1 Les adresses de sélection de voies par le multiplexer</i>	53
<i>Tableau III-4-1 Connexion des 5 voies aux bits du port d'entrée</i>	56
<i>Tableau V.I 1 : Valeurs de la caractéristique enregistrée de la diode</i>	68
<i>Tableau V.I 2 : Valeurs de la caractéristique complétée (standard) de la diode</i>	69

LISTE DES FIGURES

<i>Figure I.1 1 Schéma de principe du régulateur</i>	3
<i>Figure I.2 1 Schéma du montage thermométrique</i>	5
<i>Figure I. 2 2: Schéma d'acquisition de caractéristique de la diode</i>	7
<i>Figure 1.3 1: Schéma du montage d'essai du thermomètre</i>	17
<i>Figure 1.3 2 Schéma du système de déclenchement à relais électromécanique</i>	19
<i>Figure 1.3 3 Emplacement des éléments du système de chauffage</i>	19
<i>Figure II.1.1 Le système électrode-solution est considéré comme un dipôle</i>	24
<i>Figure II.1.2 Courant anodique est positif, le courant cathodique est négatif</i>	25
<i>Figure II.1.3 Courant anodique est positif, le courant cathodique est négatif</i>	26
<i>Figure II.1.4 Système à électrodes différentes et identiques</i>	27
<i>Figure II.1.5 Additivité des courants de réaction</i>	28
<i>Figure II.1.6 Potentiel de demi vague d'un système rapide</i>	30
<i>Figure II.2.1 Schéma synoptique de la méthode de mesure</i>	32
<i>Figure II.2.2 Allure des impulsions en fonction du temps</i>	33
<i>Figure II.2.3 Schéma électrique du générateur de tension sonde (DEP)</i>	34
<i>Figure II.2.4 Schéma électrique du (DEMR)</i>	35
<i>Figure II.3.1 Correspondance linéaire Code – Tension du DEP</i>	36
<i>Figure II.3.2 Correspondance entre Tension de sortie DEMR et Code courant</i>	36
<i>Figure III-I 1 Structure générale d'un CNA</i>	41
<i>Figure III-I 2 Allure de la rampe</i>	41
<i>Figure III-I 3 Schéma du sommateur à amplificateur opérationnel</i>	41
<i>Figure III-I 4 Réseau de type R-2R</i>	44
<i>Figure III-I 5 Découpage en cellules du réseau</i>	44
<i>Figure III-I 6 Découpage en cellules et méthode de calcul</i>	45
<i>Figure III-I 7 Schéma équivalent du réseau découpé</i>	46
<i>Figure III-I 8 Générateur équivalent de Thévenin</i>	46
<i>Figure III-I 9 Application du théorème de Thevenin</i>	46
<i>Figure III-I 10 Structure générale d'un CAN à 8 bits</i>	48
<i>Figure III-I 11 L'intersection de la rampe avec la droite U_x définit le code N</i>	49
<i>Figure III-I 12 Flux de signaux échangés lors de la conversion</i>	49
<i>Figure III-I 13 Structure générale d'un CAN hybride à base de CNA</i>	50
<i>Figure III-I 14 L'allure de la rampe et la résolution du CAN</i>	51
<i>Figure III-2 1 Structure du CAN hybride à 5 voies</i>	52
<i>Figure III-2 2 Structure du CAN hybride multiplexé à 8 voies</i>	53
<i>Figure III-3 1 Circuit d'adaptation de zéro et de la pente de la rampe</i>	54
<i>Figure III-3 2 Circuit d'adaptation de sortie du comparateur à l'entrée du port</i>	55
<i>Figure III-5 1: Structure du système de contrôle de paramètres du bioréacteur</i>	58

Figure V.I 1 Courbes de caractéristique de 2N2222 avec et sans amplification	70
Figure V.I 2 Caractéristiques de deux diodes à 50°C	71
Figure V.I 3 Famille de courbes expérimentales des caractéristiques de 2N2222	72
Figure V.I 4: Sensibilité moyenne du capteur dépendant de u_0	73
Figure V.I 5 Courbes de sensibilité du thermomètre en fonction de u_0	74
Figure V.I 6 Résistance de saturation du thermomètre à T_{max} en fonction de u_0	75
Figure V.I 7 Courbes expérimentales du thermomètre $u_S=f_T(u_D)$ et $R = 100K\Omega$	76
Figure V.I 8 Courbes d'étalonnage de synthèse $u_S=f u_D (T)$ pour $R = 100K\Omega$	77
Figure V.I 9 Courbes expérimentales du thermomètre $u_S=f_T(u_D)$ et $R = 160K\Omega$	78
Figure V.I 10 Courbes d'étalonnage de synthèse $u_S=f u_D (T)$ pour $R = 160K\Omega$	79
Figure V-II-1: « zéro courant » I_0 non ajusté	80
Figure V-II-2: 'zéro courant' I_0 ajusté	81
Figure V-II-3: Test de recherche de potentiel sur l'eau fraîche du robinet	82
Figure V-II-4: Test de recherche de recherche sur l'eau non fraîche du robinet	83
Figure V-II-5: Test de recherche sur l'eau salée	84
Figure V-II-6: Recherche à partir du potentiel $u_0=1,137V$ (code = 200)	85
Figure V-II-7: Recherche à partir du potentiel $u_0=-0,118V$ (code = 120)	86
Figure V-II-8: Recherche à partir du potentiel $u_0=-0,573V$ (code = 91)	87
Figure V-II-9 Courbes $i=f(u)$ de l'eau fraîche par sondage en mode escalier	88
Figure V-II-10 Courbes $i=f(u)$ d'eau non fraîche par sondage en mode escalier	89
Figure V-II-11: Courbes $i=f(u)$ de l'eau salée par sondage en mode escalier	90
Figure V-II-12: Courbes pour différentes solutions en mode escalier	91
Figure V-II-13 Courbes en mode impulsion de durée 5ms et repos de 10ms, obtenues sur une eau sucrée non fermentée et sur une eau sucrée fermentée	92
Figure V-II-14 Eau sucrée fermentée en mode escalier de marche 50ms : enregistrement sur disquette et en mémoire	93
Figure V-II-15 Eau sucrée fermentée en mode escalier de marche 20ms et 50ms enregistrement en mémoire	94
Figure V-II-16 Comparaison des courbes : de 50ms de marche avec enregistrement sur disquette et 100ms de marche mais en mémoire	95
Figure V-II-17 Comparaison des courbes : de 20ms et 100ms de durée de sonde en impulsion avec 20ms et 100ms de durée de marche en mode escalier	96
Figure V-II-18 Superpositions des 3 courbes : 2 en impulsion avec différentes largeurs d'intervalle 100 et 40 puis une de 20ms de marche en mode escalier	97
Figure V-II-19 : Superposition des 3 courbes prélevées en début de fermentation dont 2 en impulsion et une en escalier de marche 20ms	98
Figure V-II-20 : Courbes obtenues au début et après 3 jours de fermentation en mode impulsion pour le même taux cyclique 1/3 et de même durée 5ms	99
Figure V-II-21 Dissymétrie de la réaction après 3 jours de fermentation pour une impulsion de taux cyclique 2/7 et de durée 20ms	100
Figure V-II-22 : Evolutions des courbes dans le sens de l'augmentation du courant d'oxydation pour des durées différentes de l'impulsion	101
Figure V-II-23 : superposition des différentes courbes obtenues après 3 jours de fermentation pour différents modes et pour différents paramètres	102
Figure V-II-24 Effets de l'agitation sur l'allure des réactions	103
Figure V-II-25 Essai de suivi du potentiel lors de la réaction de K_2MnO_4 sur $FeSO_2$	104
Figure V-III-1 Etalonnage des thermomètres	105

<i>Figure V-III-2 Températures interne et externe de la serre</i>	106
<i>Figure V-III-3 Evolution de l'humidité relative de l'air</i>	107
<i>Figure V-III-4 : Courbes de pH et de DO sans régulateur de pH</i>	108
<i>Figure V-III-5 : Courbes de pH et de DO avec régulation du pH, souche1</i>	109
<i>Figure V-III-6 : Courbes de pH et de DO avec régulation du pH, souche2</i>	110
<i>Figure V-III-7 Souche de code BA0204</i>	111
<i>Figure V-III-8 Souche de code BA0303C6</i>	112
<i>Figure V-III-9 Souche de code BA0404S6</i>	113
<i>Figure V-III-10 Souche de code BA0503S</i>	114
<i>Figure V-III-11 Souche de code BA0604S2</i>	115
<i>Figure V-III-12 Souche de code BA13S4</i>	116
<i>Figure V-III-13 Souche de code BA1503S3</i>	117
<i>Figure V-III-14 Souche de code BA16C2</i>	118
<i>Figure V-III-15 Souche de code BA1703S4</i>	119
<i>Figure V-III-16 Souche de code BA1903S2</i>	120
<i>Figure V-III-17 Souche de code BA22S5</i>	121
<i>Figure V-III-18 Souche de code BAE1403</i>	122
<i>Figure V-III-19 Souche de code BASP3</i>	123

Nomenclature des variables

μ^*	Potentiel physico-chimique
μ°	Potentiel chimique standard (avec $c=1\text{ mole /litre}$ et à 25°C)
ϕ	Potentiel d'électrode ou le potentiel électrique de la solution
ϕ°	Potentiel normal ou standard du couple redox
ϕ_{ref}	Potentiel d'électrode de référence
G	Enthalpie libre de Gibss
G°	Enthalpie libre standard
U	Différence de potentiel électrique
i	Courant de réaction
c_i	Concentration du i° composant de la solution
I_s	Courant de saturation de la réaction
I_a	Courant de saturation à l'anode
I_c	Courant de saturation à la cathode

INTRODUCTION

L'augmentation de performance des procédés chimiques et biochimiques, la surveillance accrue des rejets ou effluents industriels ou domestiques nécessitent des méthodes analytiques de plus en plus précises. Les bioprocédés de fermentation ou de cultures cellulaires n'échappent pas à cette tendance générale d'une exigence accrue au niveau du contrôle et de la régulation. Les efforts de modélisation des systèmes complexes, l'introduction de méthodes numériques sophistiquées, le recours à des systèmes experts ou des techniques relevant de l'intelligence artificielle constituent une tendance générale pour mieux connaître les bioprocédés. Cependant dans l'état actuel des connaissances, le développement d'une instrumentation de qualité, permettant des mesures fiables, précises et rapides, restent toujours une impérieuse nécessité. [3]

Les phénomènes biologiques sont si complexes que nous assistons parfois, au cours de la conduite des procédés, à des résultats tout à fait inattendus. Ces phénomènes sont déterminés par plusieurs facteurs physico-chimiques à la fois, et les cultures des micro-organismes sont extrêmement sensibles à des variations, si infimes soient-elles, de ces facteurs. Et l'erreur d'interprétation de résultats ou l'échec d'un bio-procédé intervient lorsque nous négligeons l'influence de paramètres apparemment insignifiants.

Par ailleurs toute intervention extérieure de quelle nature qu'elle soit constitue toujours une source de contamination pour un milieu de culture. Or, les méthodes habituelles de conduite de procédé microbiologique sont basées sur les prélèvements d'échantillons effectués à des intervalles de temps réguliers. Elles peuvent perturber, suspendre, voire changer complètement le déroulement de la culture, faisant apparaître un phénomène de sélection, d'inhibition ou de déclenchement d'activités microbiennes ou enzymatiques.

A ce problème de contamination peuvent s'ajouter les erreurs de manipulation de la part de l'opérateur, qui est exposé à la fatigue et à la routine des opérations. En effet, les opérations en biotechnologie sont longues, et peuvent durer des jours voire même des mois.

Nous pouvons envisager de recourir à un appareillage automatique à fonctionnement continu pour la conduite des bioprocédés. Il permettrait de s'affranchir des inconvénients liés aux techniques de prise d'échantillons. Mais l'entreprise de cette nouvelle technique exige une nouvelle conception et mise en place d'éléments sensibles à incorporer dans le bioréacteur et capables de donner en permanence des informations sur l'état d'évolution du système biologique.

L'ensemble des travaux que nous avons entrepris et que nous décrivons dans le cadre de ce travail, avait pour objectifs, entre autres, de concevoir et de réaliser un certain nombre de montages électroniques pouvant répondre à certaines de ces aspirations dans le domaine de la biotechnologie. Ces montages comportaient des appareils effectuant des mesures automatiques et des dispositifs également automatiques pouvant commander, contrôler, suivre et réguler certains paramètres des procédés micro biologiques. Ces montages ont été associés ou intégrés à un système informatique d'acquisition et de traitement de données expérimentales afin de rendre de plus en plus automatique ces opérations. La technologie actuelle a tendance à libérer les chercheurs des travaux ardu des expériences afin qu'ils puissent mieux se consacrer à des travaux plus intellectuels.

Ce travail comporte trois chapitres complémentaires mais indépendants. Etant donné le rôle important joué par la température dans les phénomènes biologiques [3], le premier chapitre traite la conception et la réalisation d'un thermomètre électronique, à base duquel fut réalisé une unité de régulation thermique des milieux de culture. La connaissance du potentiel d'oxydoréduction constituant une information précieuse et parfois indispensable pour le contrôle des bio procédés [3] [8], le deuxième chapitre est consacré à l'analyse et à la mise au point d'une nouvelle méthode de mesure informatisée du potentiel redox.

Le troisième chapitre présente la réalisation d'interfaces électroniques conçues en particulier à l'acquisition de données de phénomènes relativement lents d'un biosystème, à travers le port parallèle qui est toujours disponible sur un ordinateur.

Le quatrième chapitre développe la discussion sur les réglages et mises au point préliminaire des dispositifs avant leurs tests. Il montre les effets des différents paramètres sur les courbes d'oxydo-reduction du système électrochimique.

Le dernier chapitre présente les résultats obtenus au cours des expérimentations.

Le présent travail comporte quatre annexes qui sont destinés à la meilleure compréhension et à la facilitation de la lecture du présent travail.

CHAPITRE I

CONCEPTION ET REALISATION D'UNE UNITE DE REGULATION THERMIQUE D'UN BIOREACTEUR

I.1 PRESENTATION DE LA REGULATION THERMIQUE

I.1.1 Nécessité de la régulation automatique de la température dans les procédés biologiques

Le bon déroulement d'une culture de microorganismes exige le maintien de la température dans un intervalle bien déterminé selon la souche à expérimenter.

Par ailleurs, c'est à température constante que s'observent les effets des différents paramètres sur la croissance et sur les activités des microorganismes, entre autres les effets du pH, du potentiel redox, et de la teneur en CO₂.

C'est pour cette raison qu'il est nécessaire de procéder à la régulation de la température. Cependant, la régulation thermique ne pourrait être intéressante que si elle est automatique. En effet une régulation manuelle ne peut pas être efficace, car les expériences durent des heures, des jours, voire des mois.

Le régulateur automatique peut être piloté par un programme, ce qui exige un ordinateur. Mais un régulateur indépendant fonctionnant sans l'aide de l'ordinateur est plus intéressant. Pour un bioréacteur thermiquement autonome, la régulation automatique est assurée par un montage purement électronique.

I.1.2 Structure du régulateur indépendant à réaliser

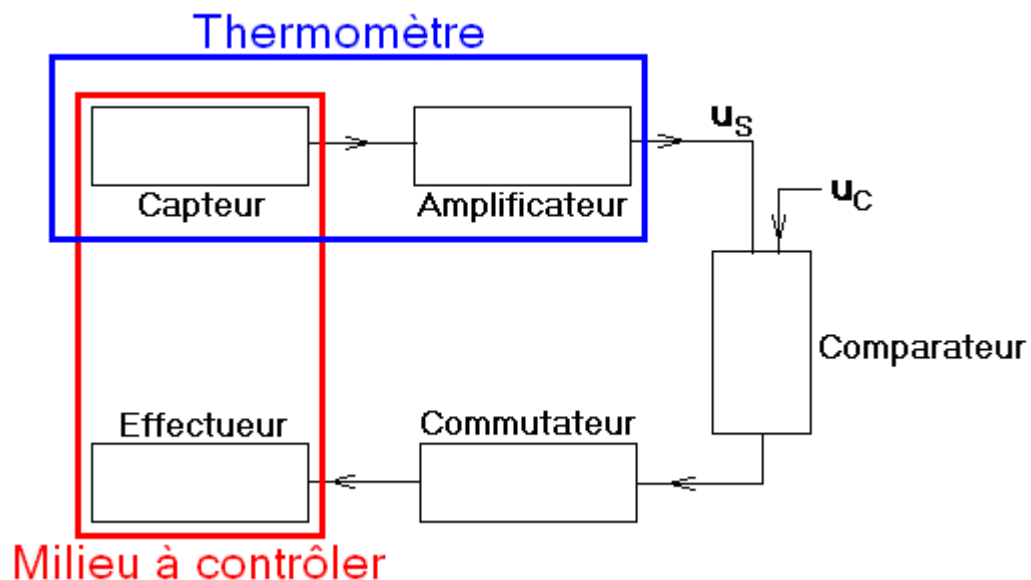


Figure I.1 1 Schéma de principe d'un régulateur

I.1.3 Principe de fonctionnement d'un régulateur automatique de température

Tout régulateur a pour rôle de maintenir la valeur d'une grandeur à réguler au voisinage d'une valeur de consigne préfixée.

Le régulateur indépendant doit fonctionner en boucle fermée pour remplir les deux fonctions complémentaires suivantes [6] [12]:

- 1- Une fonction d'investigation évaluant l'écart de la température instantanée du milieu biologique à la température de consigne,
- 2- une fonction de rétroaction tendant à réduire cet écart.

A chacune de ces fonctions correspond une chaîne de traitement :

- La chaîne de mesure ou d'investigation, constituée d'un module thermométrique comprenant un capteur thermique et un amplificateur de signal.
- La chaîne de rétroaction, composée d'un comparateur, d'un commutateur et d'un système de chauffage ou effectueur.

Le capteur a pour rôle de traduire en signal électrique la température du milieu avec lequel il est en contact. Lorsque le capteur se trouve dans un milieu de température donnée, il émet un signal électrique bien déterminé. Le signal délivré par le capteur doit être électrique pour le traitement par les composants électroniques et pour la numérisation des données destinées à l'ordinateur. [5]

Comme capteur thermique, nous avons utilisé une diode ou un transistor monté en diode, qui possède les qualités suivantes : fidélité, faible inertie, sensibilité et fiabilité dans le domaine de la température de fonctionnement d'un bioréacteur, généralement entre 15°C et 70°C.

Le signal électrique délivré par le capteur étant encore faible, l'utilisation d'un amplificateur s'impose pour élever ce signal à un niveau adapté au régime de fonctionnement du comparateur.

Le comparateur est un montage électronique qui comporte essentiellement un circuit intégré rapide spécialement conçu pour assurer la comparaison de deux tensions : la tension variable mesurée et la tension de consigne fixée. A défaut de circuit intégré spécial à cet effet, nous avons utilisé un amplificateur opérationnel habituel. Le comparateur dispose ainsi de deux entrées : une entrée pour le signal mesuré, délivré par le thermomètre électronique et une autre entrée pour le signal imposé correspondant à la température de consigne.

En fonction de l'écart entre le signal de consigne et le signal mesuré du montage thermométrique, le comparateur délivre ou non, un signal de réponse à la chaîne de rétroaction, précisément sur le commutateur qui allume ou éteint le système de chauffage.

Le commutateur peut être un relais électromagnétique à contact mécanique ou un triac assurant une commutation électronique. Le relais électromagnétique fonctionne en mode « tout ou rien », ce qui provoque une oscillation d'amplitude parfois non tolérable de la température lors du régime transitoire [4] [10]. Le triac, par contre, permet d'atténuer cette amplitude grâce à sa réaction proportionnelle à l'écart, cette proportionnalité permet d'obtenir une température régulée plus stable. Mais le contrôle de température en mode continu avec le triac exige un montage supplémentaire de protection du comparateur contre la tension de 220V du secteur alimentant le triac. En effet, un amplificateur opérationnel s'alimente en général de deux tensions continues symétriques de $\pm 12V$. Par conséquent entre le triac et le comparateur un circuit de découplage électrique doit être interposé, un optocoupleur par exemple. En ce qui concerne l'oscillation, elle est théoriquement difficile à éliminer même avec une chaîne de rétroaction parfaitement proportionnelle, car elle est due au déphasage entre la cause et l'effet, c'est à dire au retard de la réaction (déclenchement ou arrêt) du système de chauffage par rapport à l'apparition ou

disparition de l'écart de température au niveau du milieu à contrôler.

Le système de chauffage est une résistance chauffante alimentée au secteur de 220V/50Hz et disposée autour du récipient contenant le milieu de culture.

I.2 CONCEPTION DU DISPOSITIF EXPERIMENTAL

I.2.1 Le montage thermométrique

Le thermomètre constitue l'élément principal du régulateur. Il a été conçu pour mesurer une température correspondant au domaine d'application biologique, entre 15°C et 70°C.

Le thermomètre fut monté à base d'un amplificateur opérationnel intégrant la diode (capteur) dans son circuit de contre réaction (voir Figure I.2 1)

Le choix des valeurs des éléments du thermomètre dépend du comportement électrique du capteur. Le capteur choisi fut un transistor de faible puissance monté en diode. Ses propriétés thermoélectriques, en particulier sa thermoconductance, furent étudiées. La dépendance de son courant vis à vis de la température et de la tension appliquée à ses bornes, fut établie, constituant ainsi la famille de caractéristiques : $i_D = f_U(T)$.

Le courant de la diode a servi de signal indicateur pour le thermomètre. Le rôle principal joué par le courant, en tant que signal informatif, nous obligeait à adopter un montage ampérométrique. Il s'agissait d'un montage qui exploitait le courant du capteur et non la différence de potentiel à ses bornes. [1]

Un amplificateur opérationnel du type TL081 qui admet une résistance d'entrée assez élevée, fut utilisé pour rendre négligeable le courant d'entrée, et également le courant de dérivation i_C de la contre réaction du dispositif. Ce courant étant négligeable, le courant i_R de la résistance R reste pratiquement égal au courant de la diode D .

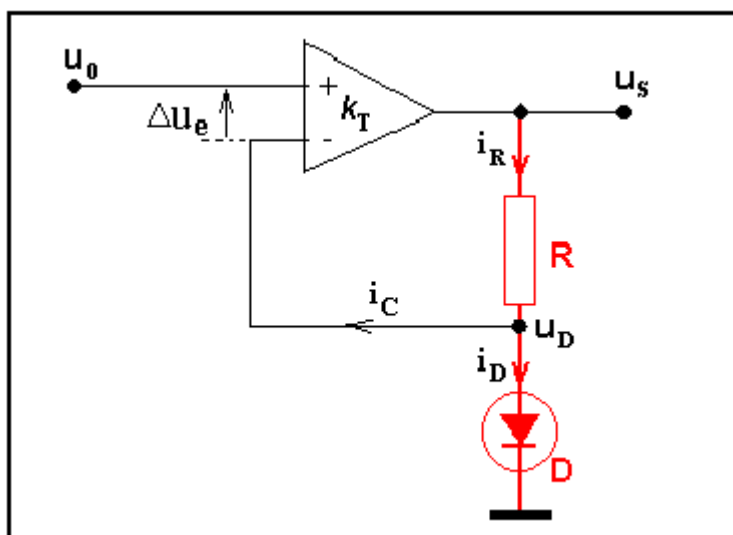


Figure I.2 1 Schéma du montage thermométrique

De plus, le gain en boucle ouverte K_o d'un tel amplificateur opérationnel était tellement élevé que la différence des potentiels des entrées ΔU_e peut être négligée. En effet la tension de sortie est telle que $U_S = K_o \cdot \Delta U_e$, et sa valeur absolue reste toujours inférieure à 12V, la tension de l'alimentation de l'amplificateur opérationnel. Puisque K_o est en général supérieur à 10^4 , la différence de potentiel ΔU_e est inférieure à 1mV. Cette différence est négligeable devant la tension U_D de la diode qui est de quelques centaines de millivolts. Ce qui

nous autorise à considérer la tension de l'entrée (+), u_0 comme la tension u_D de la diode. En fixant la tension d'entrée u_0 , une tension constante $u_D = u_0$ est imposée à la diode. Puisque le courant de contre réaction i_C est très négligeable, la tension de sortie u_S du thermomètre n'est fonction que du courant $i_D(T)$. C'est à dire la tension u_S ne dépend que de la température T et de la tension de régime u_0 . En effet :

$$u_s = R.i_D + u_D = R.i_D(T) + u_0 \quad (\text{I.1.2 } 1)$$

Remarquons que cette expression de u_S peut être retrouvée en considérant le montage comme un amplificateur non inverseur, de gain K et de tension d'entrée u_0 :

$$u_s = K.u_0 \quad (\text{I.1.2 } 2)$$

$$\text{où } K = 1 + \frac{R}{r_D} \quad (\text{I.1.2 } 3)$$

r_D étant la résistance de la diode et K le gain en tension d'un amplificateur non inverseur.

Puisque la résistance r_D est une fonction de la température,

$$r_D = \frac{u_D}{i_D} = \frac{u_D}{i_D(T)}$$

Par conséquent le gain est également une fonction de la température: $K = K_T$. En reprenant l'expression de u_S et remplaçant K par sa valeur, nous avons :

$$u_s = (1 + R \cdot \frac{i_D}{u_D})u_0 = u_0 + R \cdot i_D \cdot \frac{u_0}{u_D} \quad (\text{I.1.2 } 4)$$

Et compte tenu du fait que $u_0 \approx u_D$ pour un amplificateur opérationnel tel que TL081, nous obtenons finalement la même expression (I.1.2 1).

L'avantage offert par ce schéma est une tension u_D , maintenue égale à u_0 grâce au mécanisme du fonctionnement de l'amplificateur opérationnel lui-même, indépendamment de la température T et de la valeur de la résistance R . La tension u_0 est le paramètre qui fixe le régime de fonctionnement du capteur, par conséquent il détermine également le régime de tout le thermomètre.

I.2.2 Etude du capteur - Acquisition des caractéristiques

La détermination des paramètres fixant le régime optimal de fonctionnement du thermomètre nécessite une étude détaillée du capteur, en particulier la connaissance de toute la famille de caractéristiques de la diode pour différentes valeurs de la température.

L'acquisition des caractéristiques fut effectuée à travers une interface à deux convertisseurs, un convertisseur numérique analogique CNA à 8 bits et un convertisseur analogique numérique CAN à 4 voies. Cette interface existait déjà au laboratoire. Elle est montée sur une carte enfichable à un slot de la carte mère de l'ordinateur. L'accès à ces convertisseurs se fait à travers leurs adresses respectives.

Un module intermédiaire de mesure fut conçu et réalisé pour servir d'adaptateur entre les convertisseurs et la diode à expérimenter. A travers ce module, le CNA appliquait la tension u_0 à imposer à la diode, et à travers ce même module, le programme lisait avec le CAN le courant de réponse de la diode.

I.2.2.1 Schéma et principe de fonctionnement du module de mesure

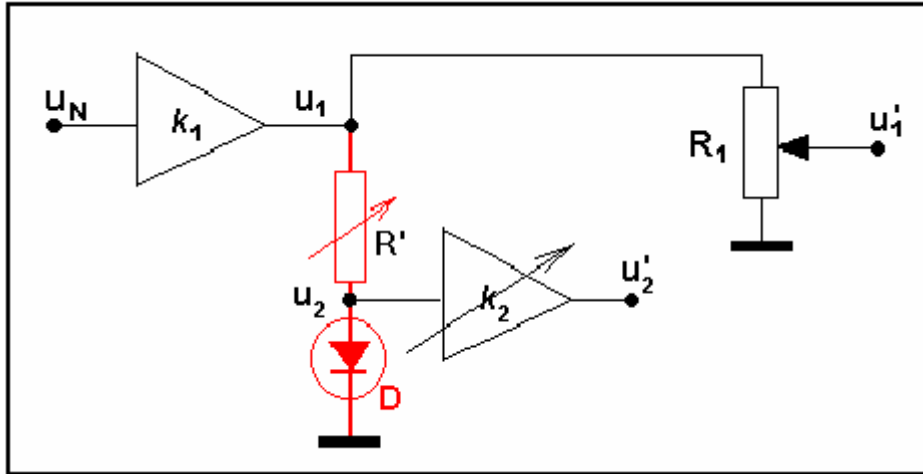


Figure I. 2 2: Schéma d'acquisition des caractéristiques de la diode

Le montage a permis de mesurer les valeurs de la tension u_D de la diode et du courant i_D qui la traverse. Pour chaque valeur fixée T de la température de la diode, le programme faisait varier la tension u_N . Une famille de caractéristiques, correspondant aux différentes valeurs de la température: c'est à dire $i_D = f_T(u_D)$, fut ainsi obtenue par la lecture des valeurs des tensions u'_1 et u'_2 , respectivement au potentiomètre R_1 et à la sortie du second amplificateur.

La variation de la tension u_N , fut imposée à travers le CNA de l'interface par le programme de pilotage du module. Cette tension se transforme en une source équivalente de tension, grâce à l'amplificateur suiveur de gain $k_1 = 1$. Nous obtenons ainsi une source de force électromotrice variable u_1 égale à u_N et de résistance interne négligeable. La force électromotrice u_1 provoque un courant de diode i_D et une tension de diode $u_D = u_2$. Puisque le convertisseur analogique-numérique (CAN) de l'interface utilisée ne lit que la tension électrique et non le courant électrique, le programme doit calculer la valeur du courant i_D de la diode à partir des valeurs des tensions u_1 et u_2 , les tensions u_1 et u_2 étant déduites respectivement des valeurs lues de u'_1 et de u'_2 . La valeur du courant i_D se détermine à partir de la différence de potentiel $u_1 - u_2$ aux bornes de R' .

Compte tenu des valeurs limites et résolutions caractérisant les convertisseurs, analogique-numérique (CAN) et numérique-analogique (CNA), de l'interface utilisée (voir paragraphe I.2.2.2), certaines précautions devaient être prises pour la numérisation des valeurs de u_1 et u_2 . En effet, la tension maximale relativement élevée de u_1 doit être réduite à travers un potentiomètre R_1 et la variation relativement faible de la tension u_2 nécessite une amplification supplémentaire de gain K_2 . Ces éléments auxiliaires, à caractéristiques ajustables, sont indispensables pour la mise au point préliminaire du montage. Cette mise au point est nécessaire car les valeurs des tensions u_1 et u_2 ne sont pas a priori adaptées au régime optimal de fonctionnement du CAN.

I.2.2.2 Système de codage numérique et notation

Grâce à un test préliminaire, les caractéristiques des convertisseurs de la carte

d'interface utilisée pour l'acquisition des caractéristiques de la diode ont été établies. Le CNA a délivré une tension de 28mV par unité de code numérique, tandis que le CAN a quantifié la tension de 9,65mV en une unité de code numérique. Ce dernier représente la résolution du CAN et caractérise également son coefficient de conversion ou coefficient L de lecture directe.

Habituellement sous DOS, un microordinateur communique en octets (8 bits ou 8 chiffres binaires). Le maximum de valeur numérique possible pour un octet est alors de 255. Pour notre interface, cette valeur maximale de code numérique correspond, soit à une tension maximale de 7,14V à la sortie du CNA, soit à une tension maximale admissible de 2,46V à l'entrée du CAN.

Tableau I.2 1 : Caractéristiques de l'interface

	U _{max} (mV)	N _{max}	Résolution(mV/unité)
CNA	7140	255	E = 28
CAN	2460	255	L = 9.65

Si la valeur limite (saturation) de 2,46V pour le CAN est dépassée, alors la tension lue correspond à une valeur unique numérisée à 255, quel que soit le surplus de la tension appliquée. Ce qui entraîne une erreur de codage due à une perte d'informations.

Le rôle des convertisseurs étant de transformer une valeur analogique en un code numérique (CAN) ou bien un code numérique en une valeur analogique (CNA), une autre précaution devait être prise au niveau de la notation de ces différentes valeurs, pour éviter toute confusion. En effet, une seule et même grandeur électrique, la tension ou le courant, admet deux valeurs différentes, analogique et numérique [5]. Lors de l'acquisition, les codes numériques, images des valeurs réelles et analogiques de grandeurs électriques ont été créés.

Nous avons noté par des lettres minuscules, **u** et **i**, les valeurs analogiques mesurables avec un voltmètre ou un ampèremètre, et par des lettres majuscules, **U** et **I**, les codes numériques respectifs enregistrés par l'ordinateur.

I.2.2.3 Codes numériques de u_D et i_D .- Résolutions de mesures

Il est toujours utile de connaître la résolution avec laquelle s'effectue une numérisation de valeur analogique. En notant par **r** la résolution ou encore le **coefficient de conversion**, alors pour une tension **u**, la valeur réelle est **u = r.U**. Cette relation est indispensable pour l'affichage à l'écran des courbes qui doivent représenter les relations en terme de valeurs réelles (**u,i**) et non en valeurs numériques (**U,I**).

Pour la résolution de la tension de la diode $u_D = u_2$, nous avons :

$$u_D = \frac{u'_2}{k_2} = \frac{U'_2 \cdot L}{k_2} = \frac{L}{k_2} U'_2$$

Où U'_2 enregistré est pris comme le code numérique **U_D**, désormais l'image effective de u_D . La résolution ou coefficient de conversion est égal à L/k_2 . Ainsi théoriquement, l'utilisation du deuxième amplificateur améliore la résolution de la valeur L (lecture directe) à L/k_2 (lecture amplifiée) par unité de code numérique.

Notons par α le rapport u_1/u'_1 , alors l'expression du courant i_D de la diode est:

$$i_D = \frac{u_R}{R'} = \frac{u_1 - u_2}{R'} = \frac{1}{R'} \left(\alpha u_1' - \frac{u_2'}{k_2} \right) = \frac{1}{R'} \left(\alpha L U_1' - \frac{L U_2'}{k_2} \right) = \frac{L}{R'} \left(\alpha U_1' - \frac{U_2'}{k_2} \right)$$

Le code du courant de diode I_D effectivement à enregistrer est $(\alpha U_1' - U_2'/k_2)$.

Par conséquent, le coefficient de conversion c_i du courant i_D est :

$$c_i = L/R'$$

I.3 EXPERIMENTATION

I.3.1 Pré-réglage et mise au point du dispositif de mesure

Réglage de R' : Le réglage de R' (voir figure I.2 2) doit être effectué de manière à ne pas dépasser la tension limite de fonctionnement normal de la diode. En régime normal la tension de la diode dépasse rarement 0.8V. Dans notre cas, on a choisi 0.6V comme valeur limite de la diode, car au-delà de 0.6V elle est généralement conductrice et son courant est assez élevé. La résistance R' du circuit d'acquisition (voir figure I.2.2) fut ajustée quand la tension imposée par le CNA fut maximale ($u_N = u_1 = 7,14V$) afin d'obtenir une tension de diode égale à 0,6V.

Réglage du potentiomètre R_1 : Le réglage du potentiomètre R_1 consiste à faire correspondre la même tension maximale de sortie u_1 du CNA à la valeur de saturation de lecture du CAN.

La tension maximale de u_1 qui est égale à 7,14V dépasse la tension maximale admissible de lecture du CAN, soit 2.46V. Si nous effectuons une mesure directe de u_1 , toutes les valeurs réelles dépassant 2,46V seraient codées à la même valeur numérique 255 (saturation de la lecture). Et les données correspondantes enregistrées seraient complètement erronées.

La lecture d'une autre tension u_1' image réduite de u_1 est alors indispensable. En donnant à u_1 la valeur maximale de 7.14V on ajuste R_1 pour avoir une tension u_1' inférieure ou égale à 2,46V. Pour une question de commodité dans la programmation nous avons décidé de ne pas égaliser u_{1max}' à 2,46V, car dans ce cas le coefficient de conversion $\alpha = u_1/u_1' = 7.14V/2.46V = 2.9$ n'est pas un nombre entier. Donc l'ajustage du potentiomètre doit satisfaire à deux conditions un nombre α entier puis supérieur à 2,9 (car $u_1' < 2.46V$). Ce qui nous donne un nombre $\alpha=3$. Ainsi la valeur maximale de u_1' à obtenir par le réglage de R_1 est de 2,38V. Cette valeur était la valeur maximale de u_1' durant toute la mesure.

Réglage du gain k_2 : La mesure de $u_D = u_2$ doit s'effectuer avec la meilleure résolution possible. C'est-à-dire, la tension maximale de diode, $u_{Dmax} = 0,6V$ doit correspondre à la valeur maximale de la tension d'entrée du CAN égale à 2,46V, qui donne une valeur maximale ($N=255$) du code numérique. Cela exige une amplification de la tension de diode u_D en une tension image u_2' plus élevée à numériser. En effet, nous aurions pu numériser directement la tension $u_D = u_2$, mais cela donnerait une valeur numérique maximale $U_{2max} = U_{dmax}/L = 600/9.65 = 62$ et la résolution reste égale au coefficient de lecture du CAN. Pour pouvoir utiliser tous les 255 codes disponibles, au lieu de 62 seulement, nous avons ajusté le gain k_2 de l'amplificateur pour que la valeur maximale u_{2max}' corresponde au code numérique 255 du CAN, soit $u_{2max}' = 2,46V$.

Les courbes montrant l'effet de l'amplification sur la même caractéristique de 2N2222 sont présentées à la figure V.I 1.

La tension maximale réelle à mesurer de la diode était fixée à $u_{Dmax} = 600mV$. Mais la tension maximale à lire et à numériser est $u_{2max}' = k_2 u_{Dmax}$. Avec le même coefficient de

lecture du CAN, on a $U_2 = u'_2 \cdot L = k_2 \cdot u_D / L$. La résolution s'améliore en L / k_2 . Elle s'est améliorée de k_2 fois. La résolution dépend du gain k_2 . Toutefois nous ne pouvons pas augmenter la valeur de k_2 indéfiniment et nous devons éviter la saturation de lecture du CAN. Nous avons également deux conditions à satisfaire : d'une part le gain k_2 est limité par le seuil de saturation, d'autre part, par commodité de programmation un type entier est à recommander pour cette constante k_2 . En effet le courant de diode i_D n'est pas lu directement par l'interface, par conséquent il n'a pas de code numérique I_D créé par le CAN. Le programme doit calculer le code I_D , de type entier, à partir de U_1 , U_2 , α et k_2 selon l'équation:

$$I_D = \alpha \cdot U_1' - \frac{U_2'}{k_2}$$

Puisque U_1' , U_2' et I_D sont des codes, ils sont de type entier. Si α et k_2 sont déclarés entiers dans le programme, alors l'expression $I_D = \alpha \cdot U_1' - (U_2' \text{ div } k_2)$ en Turbo Pascal, représente bien une valeur entière. Cette valeur entière fut enregistrée et prise comme le code numérique I_D du courant de la diode.

Ainsi deux conditions sont à satisfaire par k_2 :

1° - $u'_2 \text{ max} = k_2 \cdot u_{D \text{ max}} < 2460 \text{ mV}$, ce qui signifie que k_2 est inférieur à 4,1;

2° - k_2 doit être de type entier;

Puisque la meilleure résolution correspond à la plus grande valeur de k_2 , nous avons fixé le gain à 4. Ce qui exige une tension de réglage $u'_2 \text{ max} = k_2 \cdot u_{D \text{ max}} = 2400 \text{ mV}$. Avec cette mise au point, nous avons découpé la même tension $u_{D \text{ max}} = 600 \text{ mV}$ en $2400 \text{ mV} / 9.64 \text{ mV} = 248$ parties égales représentées par 248 codes numériques différents (au lieu de 62 sans amplificateur).

Lors du réglage, à la température de 19°C donc avec le minimum de courant de R' , la tension de 600 mV de la diode fut atteinte avec une valeur de R' égale à $18 \text{ K}\Omega$ pour le 2N2368, et à $5,75 \text{ K}\Omega$ pour le 2N2222. Ceci prouve que le semi-conducteur 2N2222 est plus sensible que le 2N2368. Les caractéristiques à 50°C de ces deux diodes sont représentées en figure V.I 2. Ceci nous a permis de choisir le 2N2222 comme capteur et sujet d'étude.

La valeur de R' fut fixée à $5,75 \text{ K}\Omega$. Par conséquent, le coefficient de conversion c_i du courant i_D est

$$c_i = L / R' = 9,65 \text{ mV} / 5,75 \text{ K}\Omega = 1.678 \mu\text{A}$$

Les deux tableaux I.3.1 et I.3.2 récapitulent les différents paramètres de mesure.

Tableau I.3 1 : Paramètres de réglage

Paramètre à régler	But du réglage	Valeur cible	Conditions de réglage
Résistance R'	Fixer u_{Dmax}	$u_{Dmax} = 600mV$	$u_1 = 7140mV$ à $19^{\circ}C$
Rapport $\alpha = 3$ de R_1	Eviter la saturation	$u'_{1max} = 2380mV$	$u_1 = 7140mV$
Gain k_2	Améliorer la résolution	$u'_{2max} = 2400mV$	$u_1 = 7140mV$

Tableau I.3 2: Paramètres de mesure des caractéristiques de la diode

	Code numérique	Relation analogique-numérique	Résolution
Tension u_D	$U_D = U'_2$	$u_D = \frac{L}{4} U'_2$	2,4mV/unité
Courant i_D	$I_D = \alpha \cdot U'_1 - \frac{U'_2}{k_2}$	$i_D = \frac{L}{R'} I_D$	1,678 μA /unité

I.3.2 Acquisition des caractéristiques du capteur

Le programme de pilotage d'acquisition de caractéristiques *DIODCURV.PAS* a assuré les trois tâches suivantes :

- Lire les codes U'_2 et U'_1 codes des tensions modifiées de u_D de la diode et de u_1 de la sortie du suiveur,
- Calculer les codes U_D et I_D à partir de U'_2 et U'_1 ,
- Enregistrer dans un même fichier tous les couples $(U_D, I_D)_T$ correspondant à une même température T .

La tension $u_N = u_1$ imposée par le programme à travers le CNA variait de 0V à 7,14V en escalier de 28mV de marche. La variation de cette tension correspond à la succession des valeurs de 0 à 255 de code numérique imposé par le programme à travers le CNA.

La variation de la température, en tant que paramètre de mesure, se faisait par saut de 5°C, excepté le cas des valeurs extrêmes. La température ambiante fut prise comme la température initiale, elle était de 19°C. La température maximale atteinte lors des mesures fut 77°C. A partir de 25°C jusqu'à 70°C, le saut régulier de 5°C de la température fut respecté.

Nous avons commencé la lecture de la caractéristique à la température ambiante de 19°C. Puis nous avons chauffé jusqu'à 77°C tout un système constitué par un pot épais d'argile cuite, possédant une inertie thermique non négligeable, contenant le capteur et un thermomètre à mercure. Nous avons laissé le système se refroidir lentement et nous faisons lire par le programme, les caractéristiques aux températures prédéfinies, à savoir 77°C, 70°C, 65°C, 60°C, 55°C, 50°C, 45°C, 40°C, 35°C, 30°C, 25°C. Pour minimiser tout bruit de fond électrique parasite durant les mesures, le capteur fut relié au module par un câble coaxial.

La famille de caractéristiques de 2N2222 est présentée sur figure V.I 3 de la page 72.

I.3.3 Traitement des données

C'est cette section de traitement de données qui constituait la majeure partie de programmation. Puisque les données sont déjà enregistrées automatiquement sur disque lors des mesures, leur traitement et le stockage des résultats se sont effectués d'une manière également automatique par l'intermédiaire des différents programmes.

I.3.3.1 Nécessité d'une nouvelle base de données

La caractéristique de la diode à chaque température T se présentait sous forme d'une suite de couples de codes numériques (U_D, I_D) , codes respectifs de la tension et du courant de diode, telles que $I_D = f_T(U_D)$. Chaque caractéristique ou suite de couples fut enregistrée dans un fichier.

Pour le traitement ultérieur de données de ces caractéristiques, comme l'analyse et la synthèse de courbes d'étalonnage du capteur, il est plus commode de convertir l'ensemble de ces différents fichiers de caractéristiques $I_D = f_T(U_D)$, correspondant aux différentes valeurs de température, en un seul fichier principal de triplets Température-Tension-Courant. Chaque élément de ce fichier principal est un triplet de codes : (T, U_D, I_D) , où T est la température à laquelle furent lus les codes U_D et I_D . A chaque courbe de caractéristique $I_D = f_T(U_D)$ nous avons fait correspondre un sous-ensemble de triplets (T, U_D, I_D) du fichier principal. Ce changement de structure de données nous a permis de fusionner les différents fichiers de caractéristiques en un seul fichier de base de données thermoélectriques.

Cette nouvelle structure de fichier nous a conduits par la suite à constituer, entre autres, les courbes d'étalonnage du capteur $I_D = F_U(T)$ et les courbes de sa sensibilité

$S=(dI/dT)u=Gu(T)$, G étant une fonction de la température.

1.3.3.2 Constitution du fichier principal : base de données

La constitution du fichier principal s'est effectuée en deux étapes : la standardisation des contenus de chaque fichier de caractéristique, puis la fusion des éléments des fichiers standardisés en triplets du fichier principal.

La standardisation consiste à uniformiser les fichiers de caractéristique. Chaque fichier d'une caractéristique $I_D = f_T(U_D)$ doit contenir une suite complète de couples (U_D, I_D) , suivant l'ordre de U_D . En effet, tous les couples correspondant à toutes les 255 valeurs différentes de U_D n'étaient pas forcément lus et enregistrés lors de l'acquisition. Toutes les valeurs de 0 à 255 de U_D ne devaient pas toutes dans les couples d'un fichier de caractéristique. Il en existait même des répétitions de valeurs (voir Tableau V.I 1). Les valeurs U_D et I_D effectivement lues et enregistrées n'étaient que les réponses numérisées de la chaîne d'acquisition, réponses aux 255 valeurs de la tension u_0 imposées par le programme. La standardisation consiste à créer un nouveau fichier de caractéristique $(U_D, I_D)_T$ sans répétition et complet, suivant la valeur croissante de U_D . Le remplissage par des couples manquant fut effectué par interpolation (voir Tableau V.I 2) avec le programme *STANDARD.PAS* à partir des valeurs enregistrées dans le fichier d'acquisition, selon la formule :

$$y_n = \frac{y_2 - y_1}{n_2 - n_1}(n - n_1)$$

où n_1, n_2 sont des codes U_D existants et n le code manquant

les y_n représentent les codes I_D correspondants

Enfin pour constituer le fichier principal nous avons élaboré un programme (de type orienté-objet) *CENTRFIC.PAS* qui assure à la fois :

- La création du nouveau fichier principal
- Lecture de tous les fichiers standardisés de caractéristique, correspondant aux différentes valeurs de températures
- La conversion de chaque point $(U_D, I_D)_T$ en un élément (T, U_D, I_D)
- Le stockage des nouveaux éléments (T, U_D, I_D) dans le nouveau fichier créé.

1.3.3.3 Possibilité de synthèse des courbes d'étalonnage du capteur

La base de données contenues dans le fichier principal permet de restituer, en cas de besoin, toute la famille de caractéristiques de type $I_D = f_T(U_D)$. Cet objectif se réalise avec la synthèse de la relation $I_D = F_{U_D}(T)$ qui traduit la dépendance du courant du capteur en fonction de la température pour une tension de régime U_D fixée. La synthèse des courbes d'étalonnage du capteur, consiste à trier dans le fichier principal tous les triplets correspondant au code U_D fixé, c'est à dire à une seule tension de régime du capteur. Cette fonction de synthèse fut également assurée par le programme *CENTRFIC.PAS*.

Pour obtenir ce nouveau type de relation, nous inversons les rôles de U_D et de T . La température T devient la variable et la tension U_D joue le rôle de paramètre, tandis que I_D reste toujours la fonction.

Le programme de traitement doit en même temps :

- Analyser chaque élément (T, U_D, I_D) du fichier principal, en comparant la valeur de U_D du triplet à une valeur fixée de régime donné
- En extraire les couples (T, I_D) correspondant au régime
- Enregistrer dans un nouveau fichier d'étalonnage du capteur, les couples répétant au régime fixé.

En variant le paramètre de régime U_D le programme a créé un ensemble de fichiers qui représentait la famille de courbes d'étalonnage $I_D = F_{UD}(T)$ du capteur.

Mais l'objectif principal de l'étude du thermomètre électronique fut l'établissement des courbes d'étalonnage de tout le montage thermométrique, correspondant aux différents régimes du capteur. C'est la tension de sortie U_s du thermomètre (voir Figure I.2 1, page 5) que nous considérons maintenant comme fonction de la température et non plus le courant du capteur..

I.3.3.4 Synthèse des courbes de sensibilité du thermomètre

Par définition, pour une valeur donnée de la tension de régime u_D , la sensibilité du capteur est égale à :

$$S_D = \frac{\Delta i_D}{\Delta T} \quad (I.3.3.4 \ 1)$$

La sensibilité du thermomètre pour une valeur fixée de la tension de diode, est définie par la relation :

$$S = \frac{\Delta u_s}{\Delta T} = \frac{\Delta(R \cdot i_D + u_D)}{\Delta T} = \frac{R \cdot \Delta i_D + \Delta u_D}{\Delta T} \approx \frac{R \Delta i_D}{\Delta T} = R \cdot c_i \frac{\Delta i_D}{\Delta T} = R \cdot c_i \cdot S_D \quad (I.3.3.4 \ 2)$$

où c_i étant le coefficient de conversion de i_D et R la résistance montée en série avec le capteur dans le schéma du thermomètre. La résistance R s'appelle aussi conditionneur du capteur.

Puisque $I_D = F_{UD}(T)$ est paramétré par U_D alors la sensibilité s'exprime également sous une forme paramétrée :

$$S_U(T) = R \cdot c_i \cdot (S_D)_U = R \cdot c_i \frac{\Delta F_{UD}(T)}{\Delta T} \quad (I.3.3.4 \ 3)$$

Pour faciliter les calculs et traitements par le programme *SENSI.PAS*, il est plus pratique de traduire cette expression à travers des indices 'n' et 'm' qui représentent respectivement la tension u_D et la température T . Ce qui donne la notation suivante :

$$S_n(m) = R \cdot c_i \frac{\Delta I(n,m)}{\Delta T} \quad (I.3.3.4 \ 4)$$

L'indice n prend les valeurs de U_D , donc de 0 à 255 et l'indice m de 1 à 11 selon la correspondance ($m : T$) suivante :

Tableau I.3.3 Tableau de correspondance entre l'indice m et la température T

m	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
T	19	25	30	35	40	45	50	55	60	65	70

La sensibilité du thermomètre à une valeur T_m donnée de la température est :

$$S_n(m) = R \cdot c_i \frac{I(n,m+1) - I(n,m-1)}{T_{m+1} - T_{m-1}} \quad (I.3.3.4 \ 5)$$

Pour évaluer la sensibilité du thermomètre, il est plus pratique de la caractériser par sa sensibilité moyenne sur un intervalle de température, de T_{min} à T_{max} , soit :

$$S_n = R \cdot c_i \frac{I(n,max) - I(n,min)}{T_{max} - T_{min}} \quad (I.3.3.4 \ 6)$$

Cette sensibilité moyenne du thermomètre est proportionnelle à la sensibilité moyenne du capteur. Mais la sensibilité moyenne du capteur n'est appréciable qu'à partir d'une certaine valeur de la tension de régime $u_D = u_0$. En observant la figure V.I 4 de la page 73 des caractéristiques pour l'étude de la sensibilité moyenne du capteur, l'écart entre les valeurs extrêmes du courant de diode n'est appréciable qu'à partir de $u_D = 300mV$. Plus la tension de régime croît, plus l'écart augmente, plus la sensibilité s'améliore et plus les bruits sont négligeables.

Mais il existe un autre problème : la présence de R dans l'expression de la constante c_i de proportionnalité entre les sensibilités moyennes du thermomètre et du capteur complique encore la détermination de la sensibilité moyenne du thermomètre.

En effet, nous ne pouvons pas augmenter indéfiniment R, car ces formules théoriques de sensibilité ne sont valables que pour une tension de sortie u_s non saturée et pour un certain intervalle bien limité de valeurs de R. La tension de sortie u_s est une fonction croissante de R. Pourtant u_s ne peut, quelle que soit la température et quelle que soit la tension de diode, atteindre la valeur de la tension E qui alimente l'amplificateur opérationnel. En effet il existe une tension de saturation u_{sat} de l'amplificateur, légèrement inférieure à E, que la tension de sortie u_s ne peut pas dépasser. Ce phénomène de saturation est lié au schéma global du thermomètre mais ne provient pas du capteur. Si la tension de sortie est limitée à u_{sat} , pour une valeur fixée de la résistance R, il s'ensuit que le courant i_D soit également limité à une valeur i_{sat} . Ce courant de saturation, pour R donnée, est égale à :

$$i_{sat} = \frac{u_{sat} - u_D}{R} \approx \frac{u_{sat}}{R} \quad (I.3.3.4 \ 7)$$

Soit T_{sat} la température qui, à u_D donnée provoque un courant i_D égale à i_{sat} , alors pour tout T dépassant T_{sat} , la tension de sortie du thermomètre est maintenue à sa valeur saturée u_{sat} .

Puisque les températures extrêmes sont définies à 19°C et à 70°C, alors le courant de saturation i_{sat} peut être pris comme le courant de diode au maximum de température (70°C) et dans ce cas, la valeur de R peut être définie par.

$$R \approx \frac{u_{sat}}{i_{D70^\circ} - c_i \cdot I_{70^\circ}} \quad (I.3.3.4 \ 8)$$

En remplaçant la valeur de R dans l'équation (I.3.3.4 6) nous obtenons l'expression finale de la sensibilité globale :

$$S_n = R \cdot c_i \frac{I(n, \max) - I(n, \min)}{T_{\max} - T_{\min}} = \frac{u_{sat}}{I(n, \max) - I(n, \min)} \frac{I(n, \max) - I(n, \min)}{T_{\max} - T_{\min}} \quad (I.3.3.4 \ 9)$$

Nous devons éviter la saturation, pour que cette formule I.3.3.4 9 soit valable et pour qu'elle n'entraîne pas la destruction du circuit. En effet, à la saturation le montage n'est plus en mesure de contrôler son propre régime. Tant que u_s n'atteint pas la valeur de saturation, la contre réaction reste efficace. Toute variation de u_D due à une variation de $r_D(T)$, est automatiquement compensée à travers R par la variation de u_s . Mais si u_s atteint la tension de saturation alors le circuit de contre réaction ne répond plus car Δu_s reste nulle malgré une variation éventuelle de $r_D(T)$. Il s'ensuit que la variation de u_D n'est plus compensée et u_D ne peut plus être stabilisée. Si la température est encore poussée au delà de T_{\max} r_D devient négligeable et la différence de potentiel $\Delta u_e = u_0 - u_D$ maintenue à l'entrée de l'amplificateur opérationnel peut dépasser la limite tolérable, ce qui entraîne sa destruction.

1.3.4 Détermination de la résistance R et de la tension de régime u_0 du capteur

1.3.4.1 Détermination de la résistance R

La résistance R doit être choisie de telle façon que la saturation ne se produise pas dans l'intervalle de température de fonctionnement, pour lequel le thermomètre est conçu. Pour une valeur donnée de la résistance, il suffit d'éviter la saturation à la température maximale, pour qu'elle n'apparaisse pas aux autres valeurs de la température. En principe la plupart des cultures biologiques et des transformations enzymatiques supporte rarement les 70°C. Par conséquent nous avons fixé la température maximale de fonctionnement du thermomètre à 70°C. La température T_{\max} étant fixée, il s'ensuit que le courant de saturation

l'est également. A cette température maximale, le courant de saturation doit être égal au courant de la diode à la température Tmax pour un régime fixé par u_D soit :

$$i_{Sat}=i_D(70^{\circ}C,U_D)=c_i I(70^{\circ}C,U_D)$$

Puisque $u_{sat} = R.i_{sat} + u_D$ alors la résistance qui sature u_s à $70^{\circ}C$ est :

$$R_{70^{\circ}C}(U_D)=\frac{u_{Sat}-u_D}{i_D(70^{\circ}C,U_D)}=\frac{u_{Sat}-c_i U_D}{c_i I_D(70^{\circ}C,U_D)}$$

Cette formule peut être généralisée et nous permet de constituer à partir du fichier principal une courbe représentant la résistance en fonction de U_D et de paramètre T :

$$R_{Tmax}(U_D)=\frac{u_{Sat}-c_i U_D}{c_i I_D(T_{max},U_D)}$$

Il est évident que toute valeur de R inférieure à R_{Tmax} pour une tension u_D donnée est valable pour éviter la saturation jusqu'à la température Tmax. Mais si nous prenons les valeurs de R inférieures à la saturante R_{Tmax} , alors la sensibilité va diminuer car elle est proportionnelle à la résistance R. C'est pourquoi nous gardons, pour l'analyse, la courbe de la valeur saturante $R=R_{Tmax}(U_D)$.

1.3.4.2 Détermination de u_0

La tension de diode u_0 fixe le régime de fonctionnement du capteur, cette tension fixe également le régime de tout le montage thermométrique. Le choix de u_0 doit satisfaire 2 conditions, à savoir :

- garantir une certaine marge de sécurité de l'amplificateur opérationnel
- assurer une meilleure sensibilité.

Pour la sécurité de l'amplificateur, nous avons pris le minimum possible de valeur de u_0 qui donne une bonne sensibilité, et la valeur saturante de R à la température maximale qui assure la non saturation dans l'intervalle thermique de fonctionnement.

Pour l'analyse de la sensibilité moyenne, la formule (I.3.3.4 6) de la page 12 est utilisée. En y remplaçant R par sa valeur saturante à Tmax, nous avons une nouvelle expression de la sensibilité en fonction de U_D (ou n) et ΔT :

$$S(U_D,\Delta T)=\frac{u_{Sat}-u_D}{I_{Tmax}(U_D)}\frac{I(U_D,Tmax)-I(U_D,Tmin)}{\Delta T}$$

Le programme *SENSI.PAS* assure le calcul et le tracé des courbes de sensibilité moyenne du thermomètre $S_{\Delta T}(U_D)$ à partir du fichier principal. Ces courbes de sensibilité sont présentées en figure V.I 5.

Le programme *RESIST.PAS* a tracé, à partir du fichier principal les courbes $R=R_{Tmax}(U_D)$ de la résistance R du thermomètre électronique, résistance saturante à Tmax. Ces courbes de résistance saturante sont représentées sur la figure V.I 6 de la page 74.

Avec l'aide de la famille de courbes de sensibilité et d'après les critères d'optimisation énumérés ci-dessus, la valeur choisie de u_0 fut 345mV. Cette valeur se trouve dans la zone de sensibilité proche de la maximale, et du côté de la tension u_0 faible.

Avec l'aide de la courbe de la résistance R saturante à $70^{\circ}C$, nous avons pris comme valeur optimale de R, la valeur de 100k Ω correspondant à la tension optimale de régime $u_0=345mV$.

1.3.5 Mise en essai du thermomètre

1.3.5.1 Schéma de principe du montage expérimental

Pour tester le comportement du thermomètre à la tension optimale de régime $u_0=345\text{mV}$, le schéma de principe ci-après fut adopté..

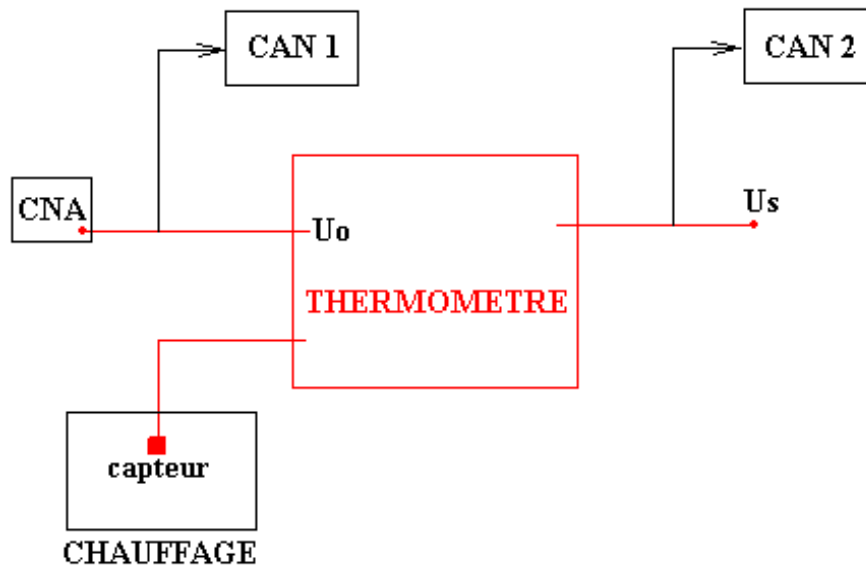


Figure 1.3 1: Schéma du montage d'essai du thermomètre

Avec ce montage, nous avons effectué deux essais correspondant aux valeurs de $100\text{k}\Omega$ et $160\text{k}\Omega$ de la résistance R du thermomètre.

Ce montage fut également piloté par l'ordinateur, comme lors du prélèvement des caractéristiques du capteur. Le programme de pilotage *ETALONTM.PAS* a pour rôle :

- 1° - de faire varier le régime de fonctionnement du thermomètre, à travers u_0 , contrôlé par le CNA de l'interface.
- 2° - d'enregistrer la tension de sortie comme fonction de u_0 , à température constante.

Un système de chauffage assurait le changement de la température T . nous avons ainsi prélevé la famille de courbes représentant la dépendance de la tension de sortie u_s en fonction de la tension de régime u_0 pour différentes valeurs de la température : $u_s = f_T(u_0)$. nous avons procédé de la même manière qu'avec la famille de caractéristiques de la diode. nous avons constitué un nouveau fichier principal de données avec le même programme *CENTERFIC.PAS*. Ce fut ce même programme qui effectua l'extraction, à partir de ce fichier principal, la famille de courbes d'étalonnage du thermomètre $u_s = F_{u_0}(T)$, pour différentes valeurs de la tension de régime u_0 . Il ne s'agit plus ici de l'étalonnage du capteur, mais de tout le montage thermométrique.

Les deux familles de courbes expérimentales $u_S = f_T(u_0)$ obtenues lors de l'acquisition, pour $R = 100k\Omega$ et $R = 160k\Omega$ sont présentées respectivement sur les figures V.I 7 et V.I 9 des pages 76 et 78

Et les familles des courbes d'étalonnage du thermomètre, extraites de ces données sont présentées respectivement sur les figures V.I 8 et V.I 10 des pages 77 et 79.

1.3.6 Système de chauffage du régulateur et son bloc de commande

1.3.6.1 Comparateur et commutateur

En principe le comparateur est à base d'un circuit intégré spécial et rapide conçu pour une fonction de comparaison de deux tensions. Mais à défaut, nous pouvons bien le remplacer par un amplificateur opérationnel sans boucle de contre réaction, comme dans le cas présent. La sortie du thermomètre est reliée à l'entrée (-) du comparateur (amplificateur opérationnel) à travers une résistance R_e .

Le commutateur sert de charge au comparateur. Un relais électromécanique peut bien assurer le rôle du commutateur. Le relais électromagnétique fonctionne en mode tout ou rien, c'est à dire à régime maximal ou bien à régime nul. Un commutateur de ce type provoque une oscillation indésirable de la température autour d'une valeur moyenne durant la phase de transition. Pour obtenir une température beaucoup plus stable sans oscillation, un triac qui contrôle l'énergie électrique d'une manière plus continue est souvent utilisé.

Le montage à relais est simple mais moins efficace, tandis que celui du triac exige une certaine précaution. Il faut assurer la protection du comparateur. On doit interposer entre le triac et le comparateur un élément de découplage qui protège le comparateur de l'alimentation élevée de la résistance chauffante et du triac. Un opto-coupleur en tant que pont de lumière, comme interrupteur sans aucun contact électrique, peut bien assurer ce rôle.

Si la tension de sortie du thermomètre, représentant la température du capteur est supérieure à u_c qui est l'image de la température de consigne, alors le courant ne passe pas à travers le relais qui reste bloqué et le commutateur occupe la position désactivée. Dès que la tension de sortie du thermomètre est inférieure à une tension seuil u_{seuil} pratiquement égale à u_c , la tension de sortie du comparateur bascule vers la tension de saturation, du courant passe dans l'enroulement du relais à travers une résistance R_r , et débloquent le relais, ce qui met le commutateur en position activée. Le rôle de R_r est d'ajuster le courant de saturation suffisant pour provoquer le déblocage et pour ne pas surcharger le transistor. C'est le transistor qui fournit presque la totalité du courant nécessaire au déblocage du relais. Il assure ainsi la protection de l'amplificateur opérationnel. Ce transistor doit fonctionner en régime de commutation, c'est-à-dire il ne doit admettre que les états extrêmes : saturé ou bloqué.

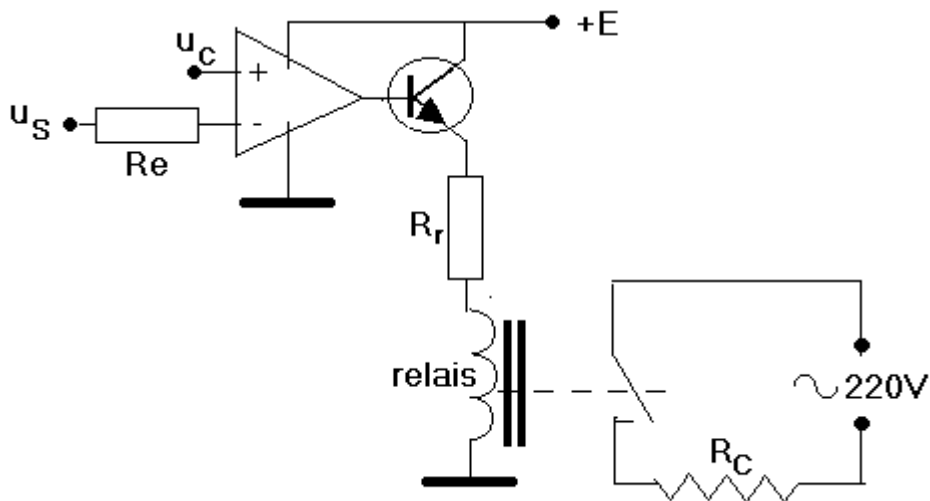


Figure 1.3 2 Schéma du système de déclenchement à relais électromécanique

1.3.6.2 Système de chauffage

Le système de chauffage est constitué d'une résistance chauffante R_c blindée par une gaine isolante. Elle se relie au secteur de 220V à travers l'interrupteur du relais. Lorsque le commutateur est en position activée, du courant alternatif circule dans la résistance, et par effet Joule, libère de la chaleur et réchauffe le milieu environnant, y compris le système à contrôler. Le capteur thermique est appliqué contre la gaine protectrice afin de minimiser le retard de la réponse du régulateur sur la température de la résistance chauffante. Si le capteur est assez éloigné de la résistance électrique, l'écart de température entre ces deux éléments est plus élevé. Ce qu'il faut éviter, car cela entraîne une variation de température au-delà de la valeur maximale admissible pour la culture.

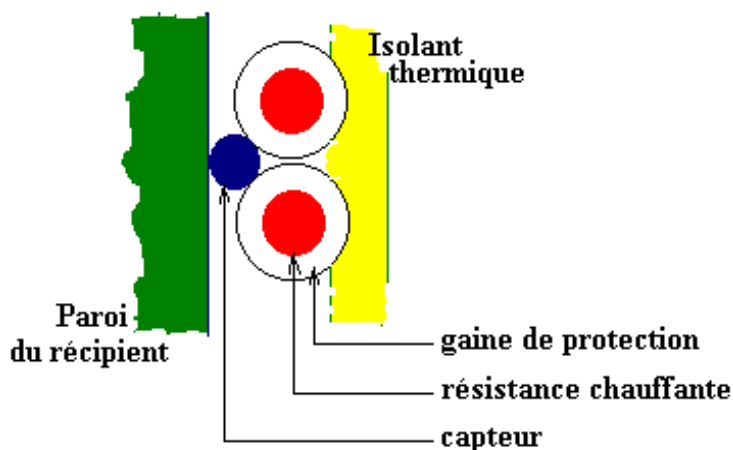


Figure 1.3 3 Emplacement des éléments du système de chauffage

1.3.7 Essai expérimental du régulateur thermique

Nous avons réalisé un montage selon le schéma de la figure I.1 1. Le thermomètre utilisé comportait la résistance de $100k\Omega$, avec une tension de régime de 345mV.

Et on a essayé une régulation de la température sur un petit bocal de 2 litres rempli d'eau. Le bocal fut entouré de fil de résistance à gaine de protection. L'ensemble fut enveloppé d'un tissu de coton pour l'isolation thermique du milieu à contrôler.

Pour éviter toute surcharge électrique à travers la résistance chauffante lors de l'établissement du régime permanent d'échange thermique, nous avons éliminé la majeure partie du régime transitoire de chauffage. Pour cela, nous débranchions le secteur de 220V qui alimente la résistance chauffante. Nous avons versé de l'eau, déjà chauffée à 35°C environ, dans le bocal puis on a attendu quelques minutes pour obtenir l'équilibre thermique de l'ensemble. Nous avons noté la tension de sortie du thermomètre et nous avons ajusté à cette valeur la tension u_C correspondant à la température de consigne avec l'aide d'un potentiomètre. A cet instant quand le relais ne s'activa pas encore nous branchions le secteur de 220V puis on attendait. La régulation commença après un certain temps par l'activation du relais qui fut suivi d'une désactivation. Et ce cycle se reprenait à intervalle régulier. nous avons constaté que la tension de sortie du thermomètre, qui indique corrélativement la température du capteur, oscillait autour d'une valeur moyenne fixe.

Quand nous avons fixé le capteur tout près de la résistance chauffante, l'amplitude de l'oscillation fut faible. Quand il fut plongé, électriquement isolé, dans l'eau au milieu du récipient, la température moyenne restait la même mais l'amplitude de l'oscillation augmenta notablement. Ce qui met en évidence l'influence de la position du capteur dans le système.

CHAPITRE II

CONCEPTION ET REALISATION D'UN TRACEUR INFORMATISE DE COURBE INTENSITE-POTENTIEL D'OXYDOREDUCTION

Les réactions d'oxydoréduction jouent un rôle important dans les systèmes biologiques. En effet les différents processus biologiques tels que : la photosynthèse, la respiration, la digestion... sont des réactions d'oxydoréduction. [8]

II.1 PRESENTATION DES PROPRIETES ELECTRIQUES DES REACTIONS REDOX

II.1.1 Manifestation électrique d'une réaction oxydoréduction et méthode d'analyse

Toute réaction d'oxydoréduction s'accompagne d'une variation du potentiel électrique du système, dit potentiel redox et d'un courant d'échange de charge électrique. L'évolution de ce potentiel peut ainsi servir d'indicateur à l'avancement d'une réaction, c'est à dire servir d'indicateur à la modification de la composition chimique du système.

Les méthodes électrochimiques d'analyse admettent comme grandeurs cibles le potentiel redox imposé ϕ , l'intensité i du courant apparent de réaction et les concentrations c_i des corps en solution.

La méthode potentiométrique classique, à courant de mesure nul, ne permet de mesurer que le potentiel d'équilibre ϕ_0 du système électrochimique électrode-solution, c'est à dire d'un système sans changement, à courant nul de réaction d'oxydoréduction. La méthode potentiométrique ne montre pas la relation entre les variables : potentiel, concentrations et intensité. Et elle a également l'inconvénient d'être plus sensible aux perturbations des parasites électriques, à cause de son amplificateur à courant de mesure nul, donc à résistance d'entrée très élevée.

La nouvelle méthode non potentiométrique, proposée dans ce présent travail, a l'avantage de mesurer directement le courant de réaction $i = f(\phi, c_i, t)$ comme réponse à toute valeur ϕ du potentiel imposé au système, indiquant ainsi la vitesse d'évolution de la composition électrochimique du système due au potentiel imposé.

II.1.2 Base théorique et conception de la méthode non potentiométrique de mesure

II.1.2.1 Potentiel électrochimique μ^*

Pour un ion donné situé en un point donné, le potentiel physico-chimique dans le cas général [13] est exprimé par la relation:

$$\mu^* = \mu^\circ + RT \cdot \ln(a) + zF\phi + mgh + \int_0^p V dp \quad (\text{II.1 1})$$

où : μ^* est le potentiel physico-chimique de l'ion (mais exprimé pour un ion-gramme dans les mêmes conditions)
 a , l'activité de l'ion dans la solution
 μ° , le potentiel chimique standard (avec $c=1$ mole /litre et à 25°C)

R , la constante des gaz
 T , la température du milieu
 Z , la valence de l'ion
 F , la charge d'un électron-gramme
 ϕ , le potentiel électrique de la solution
 Mgh , l'énergie potentielle gravitationnelle d'un ion-gramme

$\int V.dp$, l'énergie potentiel barométrique

Nous remarquons que V est le volume réel occupé par tous les ions constituant un ion-gramme et non celui de la solution contenant un ion-gramme.

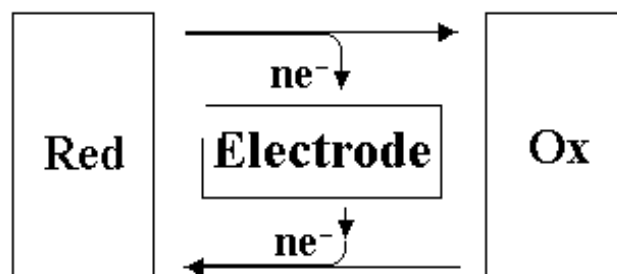
Dans la plupart des cas, les solutions biologiques sont proches de l'idéale, donc premièrement l'activité a de l'ion est pratiquement égale à sa concentration, et deuxièmement le potentiel dû à la pression hydrostatique ainsi que celui de la gravitation sont négligeables devant les potentiels chimique et électrique. Par conséquent le potentiel physico-chimique défini à une constante près, devient un potentiel purement électrochimique et se réduit à :

$$\mu^* = \mu^\circ + R.T.Ln(c) + zF\phi = \mu + zF\phi \quad (\text{II.1 } 2)$$

Ce potentiel comprend le travail chimique μ et le travail électrique $zF\phi$. Ce potentiel électrochimique μ^* mesure le travail fourni par le système pour le transfert d'un ion-gramme, à partir d'une solution de concentration c donnée et de potentiel électrique ϕ donné, vers un point se trouvant à l'infini et dans le vide. Le potentiel du vide à l'infini est pris ici comme l'origine des potentiels. Puisque le potentiel est défini à une constante près, le choix de cette valeur comme référence des potentiels n'est pas définitif. En effet, en physique, c'est la variation du potentiel qui est plus significative que le potentiel lui-même qui est toujours défini à une constante près. Le travail se détermine à partir de cette variation. Dans la pratique il est toujours possible de définir une nouvelle valeur de référence plus commode, autre que celle du potentiel du vide à l'infini.

II.1.2.2 Potentiel d'électrode et réactions d'oxydation et de réduction

Une réaction électrochimique est caractérisée par un échange d'électrons entre électrode et les corps oxydants et réducteurs de la solution. Lorsqu'un fil métallique entre en contact avec la solution il cède ou reçoit des électrons respectivement aux corps oxydants ou des corps réducteurs de la solution, des corps qui viennent le frapper.



Pour une solution contenant un couple ox/red, la demi-réaction d'oxydation de la solution est donnée par :



Se plaçant du côté de la solution, une oxydation correspond à une cession d'électrons par la solution, soit à un gain d'électrons par l'électrode. Une réduction, par contre, se caractérise par un gain d'électrons pour la solution, avec perte d'électrons par l'électrode. A l'équilibre les vitesses d'échange dans le sens direct (formation de **ox**) et en sens inverse (formation de **red**) de la demi réaction (II.1 3) s'égalisent et les concentrations des formes oxydée et réduite au voisinage de l'électrode restent inchangées. L'oxydation de la solution équivaut à une domination de la formation de **ox** sur celle de **red**. A l'état d'équilibre l'électrode prend un potentiel ϕ_S dit d'équilibre.

La formule de Nernst [8] que nous avons développée en annexe **A-II-1**, définit le potentiel d'équilibre d'électrode en fonction des concentrations des formes oxydée et réduite de la solution:

$$\phi = \frac{\Delta G^\circ}{nF} + \frac{RT}{nF} \cdot \text{Ln} \frac{[ox]}{[oy]} = \phi^\circ + \frac{RT}{nF} \cdot \text{Ln} \frac{[ox]}{[oy]} \quad (\text{II.1 3})$$

Le rapport $\phi^\circ = \Delta G^\circ/nF$, est le potentiel normal ou standard du couple redox, c'est à dire à la température $T=25^\circ\text{C}$ avec des concentrations égales à 1 mole/litre [2]. Ce potentiel normal dépend de la nature du couple redox et est lié directement à la constante d'équilibre chimique K [8], qui par définition est

$$K = e^{\frac{-\Delta G^\circ}{RT}}.$$

En remplaçant ΔG° par son expression :

$$\Delta G^\circ = -RT \cdot \text{Ln}(K) \quad \text{on a} \quad nF\phi^\circ = -RT \cdot \text{Ln}(K) \quad (\text{II.1 4})$$

La formule (II.1 3) nous montre comment le potentiel redox d'une solution est étroitement lié au rapport des concentrations des formes oxydée et réduite du couple, tandis que la formule (II.1 4) nous permet de déterminer la constante d'équilibre K du couple, connaissant la valeur du potentiel normal ϕ° . ϕ° est déterminé expérimentalement dans les conditions standard ou par les tables. En effet d'après (II.1 3), si les conditions standard $[Ox]=[Red]=1$ mole par litre sont imposées, alors le potentiel mesuré est $\phi = \phi^\circ = \Delta G^\circ/nF = -RT \text{Ln}(K)/nF$, ou bien

$$K = e^{\frac{-\Delta G^\circ}{RT}} = e^{\frac{-nF\phi^\circ}{RT}} \quad (\text{II.1 5}).$$

Par convention, le potentiel normal du couple H_2/H^+ , dit potentiel d'électrode à hydrogène, est pris comme origine des potentiels redox donnés dans les tables.

Or habituellement une réaction électrochimique s'effectue avec l'aide de deux électrodes plongées dans la solution, auxquelles est appliquée une différence de potentiel électrique $U = \phi_\alpha - \phi_\beta$. Les potentiels ϕ_α et ϕ_β sont ceux des électrodes par rapport au potentiel normal. Dans la pratique, l'une des électrodes de potentiel ϕ_α , va servir d'électrode de mesure et l'autre électrode peut être n'importe quelle électrode de référence, dont le potentiel est bien défini ϕ_β par rapport au potentiel normal. A l'équilibre du système électrochimique, le potentiel ϕ_S de la solution prend la valeur du potentiel imposé ϕ_α de l'électrode de mesure:

$$\phi_S = \phi_\alpha = U + \phi_\beta \quad (\text{II.1 6})$$

Puisque ϕ_B est connu, alors c'est la tension imposée U qui définit le potentiel d'équilibre ϕ_S de la solution.

Dans la suite, nous désignons par potentiel d'électrode ϕ , le potentiel de l'électrode de mesure [8]: $\phi = \phi_\alpha$

II.1.2.3 Changement de potentiel d'électrode et réaction de la solution

Si ϕ_S est le potentiel de la solution en équilibre avec l'électrode de mesure, alors tout potentiel ϕ (différent de ϕ_S) imposé à cette électrode, va rompre l'équilibre et la solution réagit à cette perturbation pour établir un nouvel état d'équilibre. Cette réaction consiste à favoriser soit l'oxydation de la solution si $\phi > \phi_S$ soit sa réduction si $\phi < \phi_S$. Cette réaction, d'oxydation ou de réduction, fait changer le rapport des concentrations au voisinage de l'électrode pour un nouvel état d'équilibre conformément à la loi de Nernst (voir relation II 1 3). Lors de l'établissement de ce nouvel état d'équilibre, des charges électriques doivent se déplacer et du courant électrique apparent de réaction doit être observé à travers l'interface électrode-solution.

II.1.2.4 Courbes intensité potentiel

L'étude de la variation du courant de réaction électrochimique i , en fonction de la tension appliquée U , sert de base à certaines méthodes électrochimiques d'analyse. [7] [9]

a) - *courbes théoriques d'oxydation et de réduction*

Par convention les sens positifs de courant et de tension dans la théorie des dipôles ne sont pas arbitraires, ils se déterminent par la relation des valeurs algébriques suivante:

$$U_{AB} = \phi_A - \phi_B = R \cdot i_{AB}$$

où R est la résistance du dipôle et représente une valeur positive. Si le sens positif du courant est pris comme le sens de A vers B alors la tension U_{AB} est positive quand le potentiel ϕ_A est supérieur au potentiel ϕ_B . Le schéma ci-dessous montre le lien entre les sens positifs conventionnels du courant et de la tension d'un dipôle:

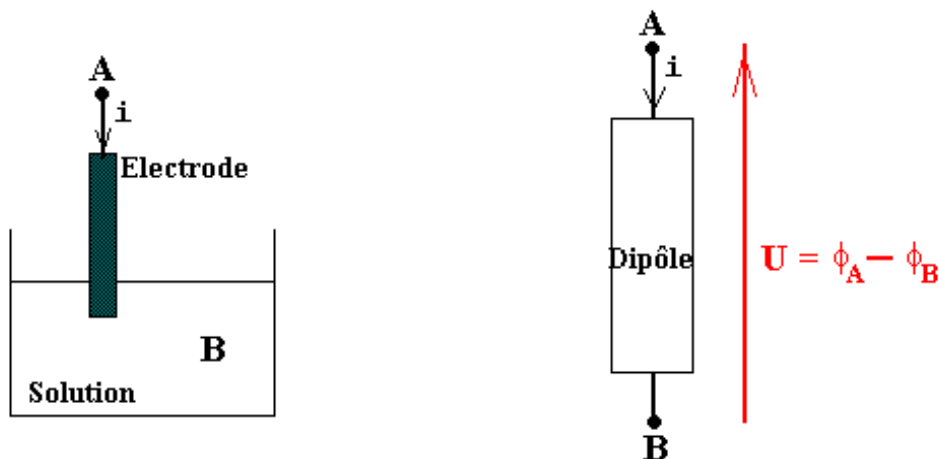
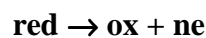


Figure II.1.1 Le système électrode-solution est considéré comme un dipôle

Soit la demi-réaction d'oxydation,



D'après cette réaction, la solution réductrice cède de l'électron au métal inattaquable qui joue le rôle d'anode. Il y a oxydation de la solution à la surface de l'électrode. Considérant le système électrode solution comme un dipôle électrique, le courant électrique d'oxydation i ,

par convention est positif, car il représente le flux de charge positive, circulant de l'électrode vers la solution, en sens opposé au mouvement des électrons, de la solution vers l'électrode. Une réaction électrochimique d'oxydation fait passer les charges positives de l'électrode vers la solution. Ce courant d'oxydation de la solution, appelé courant anodique, est compté positivement. Et la courbe qui représente ce courant en fonction du potentiel de l'électrode imposé ϕ n'est autre que la caractéristique électrique du dipôle équivalent au système électrode solution. Cette caractéristique n'est pas linéaire dans le cas général. Cette non-linéarité montre, selon la tension appliquée, la variation du degré de difficulté (ou de facilité) avec laquelle l'électrode échange de l'électron avec la solution. La courbe caractéristique exprime la variation de la vitesse de transfert d'électrons, donc celle de la vitesse de la réaction elle-même, en fonction du potentiel ϕ imposé à l'électrode [7]. En principe il existe un potentiel seuil ϕ_1 de l'électrode à partir duquel on commence à observer une valeur non négligeable du courant (voir figure II.1.2) Considérant une oxydation, deux cas peuvent se présenter selon la position de ϕ_1 par rapport à ϕ_s , potentiel d'équilibre de la solution:

- Si la valeur ϕ_1 est largement supérieure à ϕ_s , le potentiel d'équilibre du système, alors tout potentiel imposé ϕ supérieur à ϕ_s ne suffit pas à arracher de l'électron à la solution tant qu'il ne dépasse pas ϕ_1 . Autrement dit, la réaction ne peut s'effectuer qu'à un potentiel imposé d'électrode ϕ largement supérieur à ϕ_s . C'est le cas d'un système lent (voir figure II.1.2).

- Si considérant toujours une oxydation, ϕ_1 est inférieur à ϕ_s , alors la réaction d'oxydation existe déjà à l'équilibre, même à des potentiels ϕ inférieur à ϕ_s , tant que $\phi > \phi_1$. C'est le cas d'un système rapide. Ce cas est vérifié pour un système qui échange facilement des électrons avec l'électrode, c'est à dire que les réactions d'oxydation et de réduction coexistent dans certain domaine de potentiel $[\phi_1, \phi_2]$ contenant ϕ_s . Au potentiel ϕ_s les vitesses de ces deux réactions s'égalisent et l'intensité résultante du courant s'annule. Le potentiel ϕ_s représente dans ce cas, un équilibre dynamique et non pas un équilibre statique comme dans un système lent.

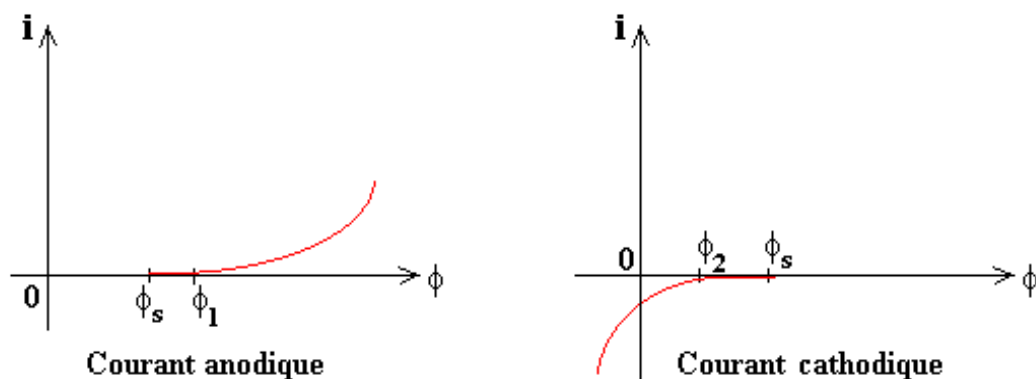


Figure II.1.2 Courant anodique est positif, le courant cathodique est négatif

Un phénomène analogue s'observe pour le cas d'une réduction à l'électrode. Lors d'une réduction l'électrode joue le rôle de cathode, elle cède de l'électron à la solution qui est oxydante. Le signe du courant de cathode devient négatif, car tout courant de charge positive circulant de l'électrode vers la solution reste, par convention, positif indépendamment du type de la réaction : oxydation ou réduction.

Le potentiel seuil ϕ_2 de la réduction se trouve en général inférieur à ϕ_s si l'échange d'électron est difficile. Il peut être supérieur à ϕ_s si la cession d'électron à la solution s'avère beaucoup plus facile.

Il est à noter que le potentiel d'équilibre du système correspond à un courant total, d'oxydation et de réduction, toujours nul quel que soit le système, rapide ou lent.

b) Les principaux types de système redox.

Les différentes positions relatives des potentiels seuils ϕ_1 et ϕ_2 des deux courbes théoriques, d'oxydation et de réduction, définissent les types de systèmes. [7]

- système lent: il n'existe aucune valeur imposée ϕ pour laquelle les deux réactions ont lieu en même temps avec des vitesses appréciables. C'est à dire des courants de signes opposés n'existent pas simultanément pour aucune valeur du potentiel ϕ . La différence des potentiels seuils $\phi_1 - \phi_2$ est positive et non négligeable. Au voisinage du potentiel d'équilibre ϕ_s , le courant est pratiquement nul quelle que soit la valeur de potentiel imposé à l'électrode

- système rapide: la différence $\phi_1 - \phi_2$ est négatif et non négligeable.

L'intensité résultante $i = i_{ox} + i_{red}$ s'annule au potentiel d'équilibre ϕ_s et change de signe avec des intensités appréciables de part et d'autre de ϕ_s .

Par définition, le potentiel ϕ_s est le potentiel de l'électrode en équilibre avec la solution, l'électrode étant isolée du circuit extérieur de perturbation. A ce potentiel la composition de la solution ne change plus, car la réaction résultante possède un caractère ni oxydant ni réducteur. La position du potentiel d'équilibre ϕ_s sur la courbe intensité-potentiel se détermine d'une façon plus nette pour un système rapide que pour un système lent.

- système très rapide: Les réactions d'oxydation et de réduction sont extrêmement rapides au voisinage du potentiel d'équilibre ϕ_s . Les courants d'oxydation et de réduction sont tellement élevés que la courbe de leur courant résultant se rapproche de la verticale passant par le point d'abscisse ϕ_s . Ce type de système s'utilise dans l'électrode de référence où le potentiel est fixe, pratiquement indépendant du courant qui traverse le système.

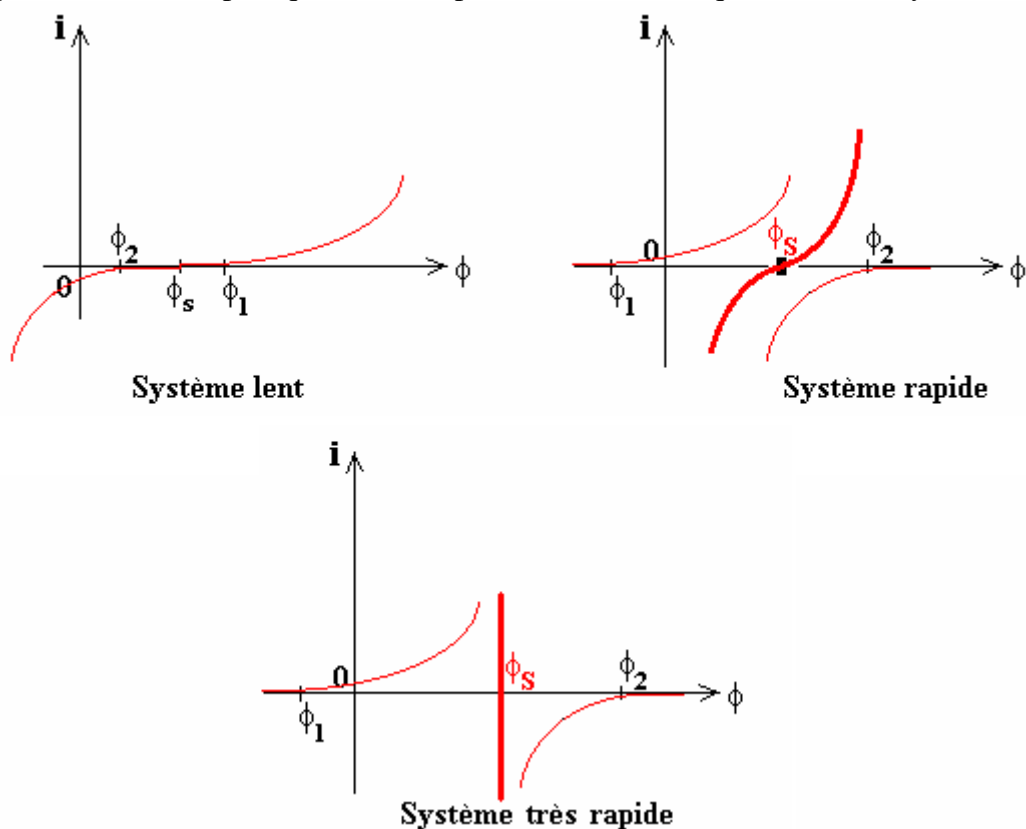


Figure II.1.3 Courant anodique est positif, le courant cathodique est négatif

c) *Cas général de 2 électrodes - détermination de tension ou de courant*

Dans la pratique il est impossible de mesurer directement le potentiel d'une seule électrode sans la présence d'une deuxième électrode. Car la grandeur mesurable est la différence de potentiel U entre les deux électrodes. En ce qui concerne le choix des électrodes, deux cas se présentent :

* Cas de deux interfaces différentes: Ce cas peut être réalisé de deux façons différentes, soit par deux électrodes de nature différente plongées dans une même solution, soit par deux électrodes de même nature plongées dans deux solutions différentes séparées par une paroi poreuse.

On trace sur un même graphique les courbes $I=f(\phi)$ pour chaque système (supposées connues avec l'aide d'une électrode de référence de potentiel fixe).

* Cas d'électrodes identiques: C'est le cas de deux électrodes identiques plongées dans une même solution. Pour les deux électrodes on n'a qu'une courbe unique $I=f(\phi)$.

L'analyse graphique de ces courbes permet: soit la détermination du courant de réaction si la tension appliquée aux électrodes est fixée, soit la détermination de la tension à appliquer si le courant est imposé. En tout cas les intensités de courant doivent être opposées pour les deux électrodes et c'est l'égalité de leurs valeurs absolues qui définit graphiquement la tension U .

Les tensions U et U' (voir figure ci-bas) peuvent être considérées respectivement comme les tensions de charge et de décharge d'une pile électrochimique à électrodes différentes. Le courant indiqué en traits rouges est le courant de charge, c'est la borne (+) qui joue le rôle d'anode car la solution s'y oxyde. Inversement le courant en noir caractérise la décharge. La tension de charge U est toujours supérieure à la tension de décharge U' .

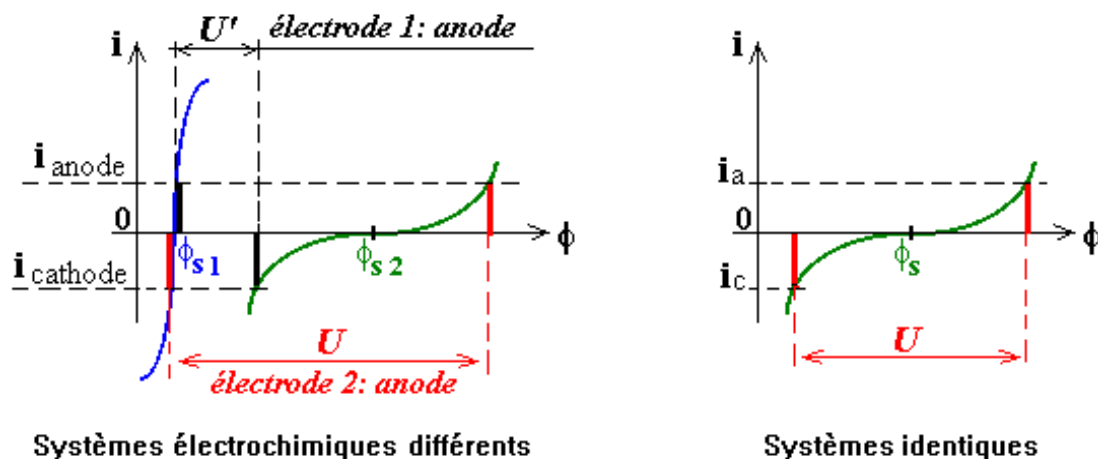


Figure II.1.4 Systèmes à électrodes différentes et identiques

d) additivité des intensités

Lorsque plusieurs substances sont présentes dans la solution, le courant résultant des réactions électrochimiques représente la somme algébrique des courants relatifs à chacune des réactions susceptibles de se réaliser à un même potentiel imposé de l'électrode de mesure. Tout courant d'oxydation à l'électrode est positif et celui de réduction est négatif.

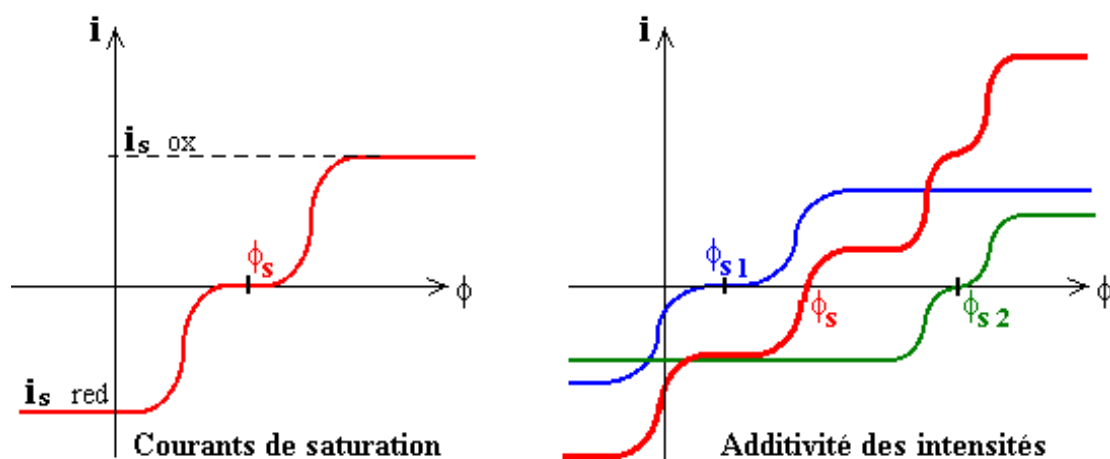


Figure II.1.5 Additivité des courants de réaction

II.1.2.5 Règles de priorité

D'après ces courbes, un ensemble de règles permettant de prévoir les réactions se produisant aux électrodes (anode et cathode) peut être établi selon la différence de potentiel appliquée. Entre autre nous pouvons en citer deux [7] :

- Toute substance capable d'être oxydée (négative, positive ou neutre) peut réagir à l'anode et toute substance capable d'être réduite peut réagir à la cathode.
- Parmi les substances oxydables, celle dont le potentiel d'oxydoréduction est le moins élevé est d'abord oxydée à l'anode ; parmi les substances réductibles, celle dont le potentiel d'oxydoréduction est le plus élevé est d'abord réduite à la cathode.

II.1.2.6 Concentration et courant de saturation

La réaction électrochimique n'a lieu que si les corps électroactifs entre en contact avec l'électrode. Ces corps arrivent à atteindre l'électrode grâce aux mécanismes de transport de matières. Jusqu'à présent nous avons simplifié le phénomène de transport en considérant que la vitesse de transport des corps électroactifs dans la solution est assez élevée. En réalité cette vitesse est limitée (voir Annexe A- II-2).

L'annulation au voisinage de l'électrode de la concentration de l'élément électroactif (chargé ou neutre) limite la vitesse de la réaction et caractérise la saturation du courant. Le courant de saturation est entretenu grâce à l'apport de l'élément électroactif, par diffusion du sein de la solution vers l'électrode. D'après la loi de Fick, la densité de flux de l'élément électroactif est proportionnelle au gradient de sa concentration au voisinage de l'électrode. Ce flux est donc fonction croissante de la concentration de l'élément au sein de la solution. Le courant de saturation sert d'indication à cette concentration.

II.1.2.7 Potentiel de demi-vague

Le potentiel de demi-vague $\phi_{1/2}$ d'un système rapide s'identifie avec le potentiel normal (standard) ϕ_s du couple (Ox/Red) indépendamment de la concentration. Ceci a un grand intérêt pratique car la connaissance du potentiel de demi-vague permet d'identifier le système oxydo-réducteur. [7]

Le courant correspondant au potentiel de demi-vague est la demi-somme des valeurs algébriques des courants de saturation anodique et cathodique I_a et I_c . (voir Annexe A-II-5)

Le potentiel de demi-vague $\phi_{1/2}$ donne un courant I égal à :

$$I(\phi_{1/2}) = \frac{I_a + I_c}{2}$$

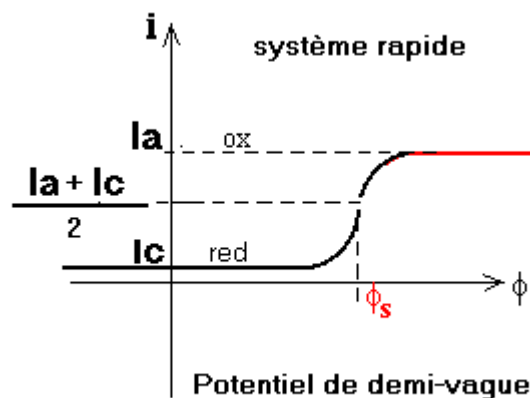
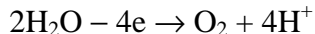


Figure II.1.6 Potentiel de demi vague d'un système rapide

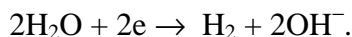
II.1.2.8 Limitation par le solvant – Domaine d'électroactivité

La concentration de l'eau ou du solvant en général, est très élevée par rapport à celles des solutés. Il en résulte que dans le domaine de la microélectrolyse de laboratoire, on ne peut pas atteindre les courants limites d'oxydation I_a ou de réduction I_c du solvant. Il s'ensuit que toute vague correspondant à des potentiels d'oxydation et de réduction en dehors du domaine délimité par ceux du solvant ne peut pas être détectée. Les paliers de diffusion du solvant ne peuvent pas être atteints à cause de la concentration très élevée du solvant. Le domaine délimité par ces barrières s'appelle le domaine d'électroactivité du solvant. Ce domaine dépend aussi de la nature de l'électrode.

Pour l'eau, l'oxydation est donnée par la réaction :



Et la réduction par la réaction :



Nous pouvons classer les corps (chargés ou non) en solution dans l'eau, par la position de leurs courbes intensité-potentiel par rapport à celles de l'eau. Si le potentiel de demi-vague se trouve à l'intérieur du domaine d'activité alors on dit que le corps est « électroactif » sinon il est « indifférent ».

II.2 ETUDE ET REALISATION DE NOTRE METHODE DE MESURE DU POTENTIEL REDOX

La méthode classique potentiométrique est une méthode passive. Notre méthode présentée dans ce chapitre opère d'une façon active. Elle n'attend pas la valeur à travers l'indication d'un appareil, comme dans la méthode passive, elle la recherche par sondage à l'intérieur d'une plage donnée de valeurs.

II.2.1 Objectif:

L'objectif de notre méthode est de matérialiser le courant de réaction du système en même temps que la tension imposée qui le déclenche, c'est à dire la distribution de la courbe $i = f(U)$.

Par des perturbations imposées, c'est-à-dire par application des tensions U aux électrodes, les courants électriques i caractérisant la réaction du système électrochimique, sont mesurés.

Cette nouvelle méthode consiste à:

- provoquer des perturbations en émettant des tensions sondes
- évaluer les réactions, du système électrochimique, à ces perturbations
- enregistrer la courbe représentant la fonction $I = f(U)$, ou caractéristique électrochimique du système à un instant donné
- déterminer à cet instant les valeurs moyennes respectivement du potentiel redox et de la réactance (conductance) du système, pour une perturbation à sondes pulsées
- estimer éventuellement, l'évolution possible des concentrations par sondage en mode escalier.

II.2.2 Les principaux éléments de mesure à réaliser

La même interface utilisée au chapitre 1 fut également réutilisée dans cette étude. Elle comporte un convertisseur numérique-analogique CNA pour fournir les tensions sondes U de la perturbation et d'un convertisseur analogique-numérique pour la lecture des valeurs de courant de réaction I .

II-2-2-1 Les électrodes

L'électrode indicatrice était en platine, et l'électrode de référence était au calomel dont le potentiel indiqué par la table à 25°C, est de 245mV par rapport au potentiel normal de l'hydrogène. [7]

II-2-2-2 Le Dispositif Electronique de Perturbation DEP

Ce module assure la conversion analogique et la transmission de la tension-sonde dont la valeur théorique à appliquer aux électrodes doit être algébrique. En effet, le potentiel de l'électrode de mesure (indicatrice) doit être supérieur à celui de la solution pour obtenir une oxydation de la solution, ou inférieur pour une réduction de la solution. Ce dispositif comporte nécessairement un module de décalage de tension parce que la tension analogique délivrée directement par le CNA est encore strictement positive. C'est ce module de décalage qui assure le balayage de valeur de tension tant négative que positive.

II-2-2-3 Le Dispositif Electronique de Mesure de Réaction DEMR

Il assure la transformation inverse du dispositif de perturbation DEP. C'est à dire la mise en forme du signal analogique et algébrique de la réaction du système électrochimique en une tension analogique strictement positif, lisible par le CAN de l'interface.

II-2-2-4 Le programme

C'est le support de toute opération exigée par la méthode, il assure le contrôle et la coordination des dispositifs électroniques de perturbation et de mesure.

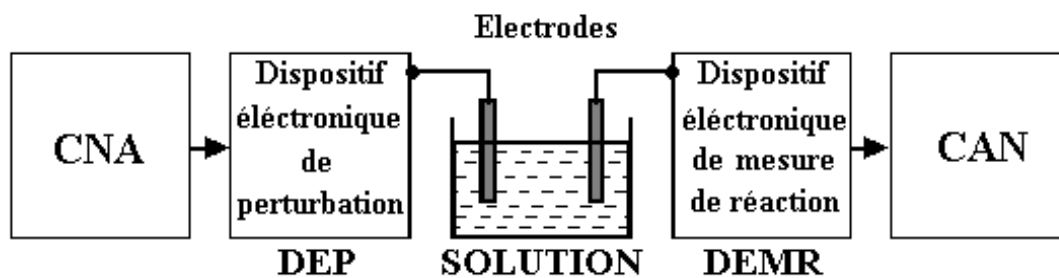


Figure II.2.1 Schéma synoptique de la méthode de mesure

II.2.3 - Principe de fonctionnement

II.2.3.1 - Perturbation

La perturbation consiste à déséquilibrer le système électrochimique, dans le but de provoquer la réaction du système.

Nous avons choisi deux types de perturbation : par sondes à impulsion et par sondes en marches d'escalier.

La perturbation en impulsions a pour but d'envoyer aux électrodes une série de brèves impulsions de tension électrique U à valeur croissante puis décroissante. Après chaque impulsion, la tension U doit revenir à sa valeur d'équilibre U_s pour arrêter toute réaction afin d'éviter la dérive du potentiel d'équilibre ϕ_s .

La conversion de la tension U en potentiel ϕ s'effectue selon l'équation (II.1.6)

$$U = \phi - \phi_{\text{ref}}$$

soit

$$\phi = U + \phi_{\text{ref.}}$$

Les potentiels ϕ et ϕ_{ref} , respectivement de l'électrode de mesure et de l'électrode de référence, sont définis par rapport au potentiel normal du couple H^+/H_2 de l'électrode à hydrogène.

Entre les deux impulsions sondes successives, une pause relativement longue après retour au potentiel U_s de solution, doit être observée pour laisser au système électrochimique de retrouver son état d'équilibre. La durée de l'impulsion doit satisfaire deux exigences contradictoires: d'un côté, la durée doit être réduite le plus possible pour limiter la quantité de charge électrique transférée durant le sondage, afin de conserver la composition chimique du système au voisinage de celle d'équilibre, et de l'autre côté, maintenir la tension sonde le plus longtemps possible pour laisser au courant de réaction de retrouver son régime stationnaire

avant d'effectuer sa mesure. Le balayage (variation par pas bien défini dans un intervalle entre deux limites U_{min} et U_{max}) de la tension imposée U devait s'effectuer autour de la valeur de la tension d'équilibre U_s . Car ce balayage devait s'effectuer de façon à observer un changement du signe de courant, passage par zéro, qui caractérise le passage de la tension U à sa valeur d'équilibre U_s . Ce balayage fut assuré par le DEP, numériquement piloté par le programme.

Ainsi à chaque balayage la valeur de la tension sonde U devait rester cadrée dans un certain intervalle $[U_{min}, U_{max}]$ appelé intervalle de surveillance ou encore intervalle de travail. Cet intervalle devait contenir la valeur U_s et sa largeur (balayage) est fixée par le programme. Puisque le potentiel redox évolue au cours d'une transformation biologique ou chimique, les valeurs limites de l'intervalle de balayage doivent se déplacer avec la tension U_s . Pour assurer une compatibilité entre les codes numériques de la tension U , imposés par le programme et les tensions électriques réellement transmises aux électrodes, les valeurs extrêmes des valeurs limites U_{min} et U_{max} furent fixées. Les valeurs -2Volts et $+2\text{Volts}$ sont prises comme des valeurs de cet intervalle global de tension. En effet, la plupart des potentiels redox ϕ des solutions biochimiques restent à l'intérieur de l'intervalle $[-1.8\text{V}, +1.8\text{V}]$. L'intervalle de balayage de la tension ou intervalle de travail avec sa largeur fixée par le programme pouvait ainsi se déplacer avec U_s à l'intérieur de l'intervalle global $[-2\text{V}, +2\text{V}]$, correspondant à $-1,755\text{V} < \phi < 2,245\text{V}$.

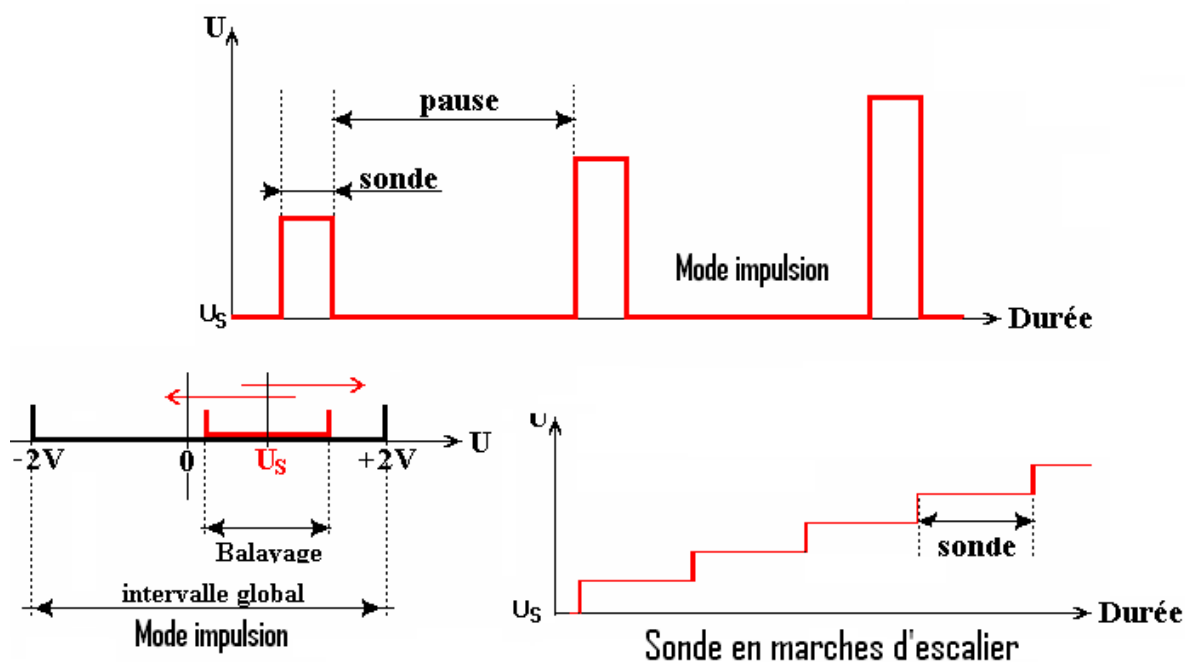


Figure II.2.2 Allure des impulsions en fonction du temps

II.2.3.2 Principe du dispositif électronique de perturbation (DEP)

Nous avons monté à base d'un amplificateur différentiel à gain ajustable. L'entrée (+) reçoit la tension de valeur positive délivrée par le CNA et l'entrée (-) est reliée au potentiomètre de réglage de zéro, à travers le pont du gain. Les valeurs 0 et 255 représentant les valeurs numériques extrêmes, doivent correspondre respectivement aux valeurs analogiques extrêmes, -2V et $+2\text{V}$, de la tension de sortie à appliquer aux électrodes. Puisque la tension maximale, correspondant à 255, recueillie à la sortie du CNA étant de $7,14\text{V}$, les potentiomètres d'entrée, du zéro et du gain de l'amplificateur

différentiel doivent être ajustés afin d'aligner le 0 numérique à -2V analogique à la sortie du DEP et le 255 numérique à +2V. Le potentiomètre d'entrée fut indispensable pour réduire la variation de tension du CNA qui donne déjà 7,14V (0V à 7,14V) alors que la variation de la tension amplifiée de sortie du DEP doit rester à 4V (-2V à +2V). Le rôle du potentiomètre d'entrée est de réduire l'amplitude de 7,14V à moins de 4V pour être réamplifiée jusqu'à 4V avec le potentiomètre du gain. C'est au tour du potentiomètre de zéro d'aligner la tension de -2V au code 0 (donc +2V à 255).

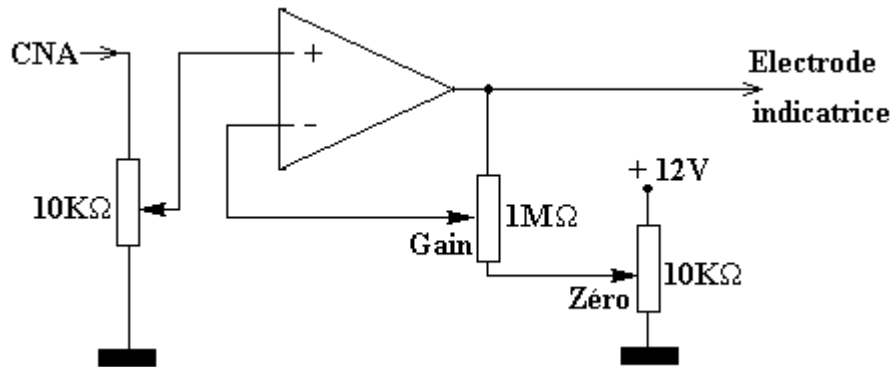


Figure II.2.3 Schéma électrique du générateur de tension sonde

II.2.3.3 Principe du Dispositif Electronique de Mesure de la Réaction (DEMR)

Il a pour but de mesurer le courant I de réaction du système dû aux perturbations et d'adapter la tension de sortie, image de ce courant, aux paramètres de l'interface de lecture. Cette mesure consiste à évaluer, au temps t donné, l'intensité de courant I pour toute valeur de U appartenant à l'intervalle de travail : $I = f_t(U)$.

Puisque ce courant traverse tout le système composé de la solution et des deux électrodes, une résistance de mesure R_m fut interposée entre l'électrode de référence et la masse pour qu'elle soit traversée par le courant à mesurer. Etant montée en série avec le système électrochimique, la tension électrique recueillie aux bornes de la résistance R_m constitue l'image du courant à mesurer. L'ensemble solution-électrodes-résistance est alimenté par la tension sonde U du DEP. Pour que la tension aux bornes du système reste pratiquement égale à la tension appliquée par le DEP, il faut réduire autant que possible la chute de potentiel dans la résistance R_m . La résistance de la solution étant de l'ordre de quelques dizaines de $k\Omega$, une résistance d'une centaine d'Ohm suffit pour avoir une chute représentant approximativement 1% de la tension totale imposée. Etant donnée la faible valeur de la résistance R_m , le signal U_m à mesurer nécessite une bonne amplification avant d'être appliquée au CAN. Et la tension U_{CAN} à la sortie du DEMR représente la valeur du courant i à un facteur $(K.R_m)$ près, où K est le gain de l'amplificateur. En effet

$$U_{CAN} = K.U_m = K.R_m.i$$

Le signal électrique amplifié U_{CAN} doit être adapté aux paramètres du CAN ; à savoir une tension d'entrée du CAN toujours positive et comprise dans l'intervalle $[0V, +2.5V]$. Par conséquent la tension de sortie U_{can} du DEMR doit rester également positive malgré une possibilité de tension U_m négative à son entrée, une tension négative due au courant négatif de réaction de réduction. Par ailleurs la tension U_{can} ne doit pas dépasser la tension de saturation du CAN de 2.5V. Pour satisfaire ces

conditions, l'amplificateur, comme dans le DEP, doit posséder un système de réglage de gain et de zéro.

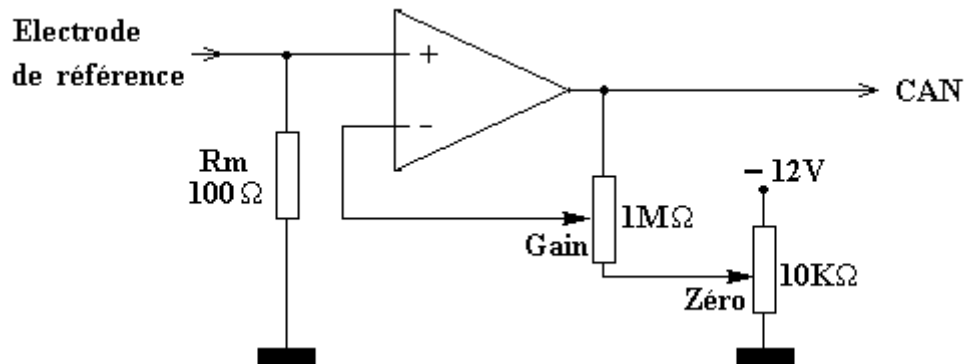


Figure II.2.4 Schéma électrique du dispositif de mesure de courant de réaction (DEMR)

II.3 EXPERIMENTATION

II-3-1 Pré-réglage et mise au point du dispositif de mesure

II-3-1-1 pré-réglage du DEP

Ce pré-réglage a pour rôle d'ajuster les paramètres électriques du dispositif afin de satisfaire les conditions exigées. Avec l'aide des potentiomètres (fig. II.2.3), nous avons

- Ramené la tension d'entrée (+) de l'amplificateur opérationnel à 1V environ quand la tension du CNA fut maximale égale à 7,14V (code numérique 255). Cette opération fut nécessaire pour pouvoir ajuster le gain du montage non inverseur, de gain supérieur à 1, afin de ramener à 2V la tension de sortie pour le code 255
- Ajusté le zéro, 0V à la sortie du DEP, au code 127 (ou 128), car ce code a comme image le potentiel nul, milieu de l'intervalle [-2V, +2V]
- Ajusté le gain du DEP pour que le potentiel +2V soit l'image du code 255 donc - 2V pour le code 0. Nous obtenons ainsi pour le DEP un gain global $K = 4V / 7,14V = 0,56$.

De cette façon, une correspondance linéaire fut établie entre le code positif N ($0 < N < 255$) et son image électrique U à valeur algébrique ($-2V < U < +2V$). Ce qui a donné environ 15.7mV de saut de tension de sortie par unité de code numérique.

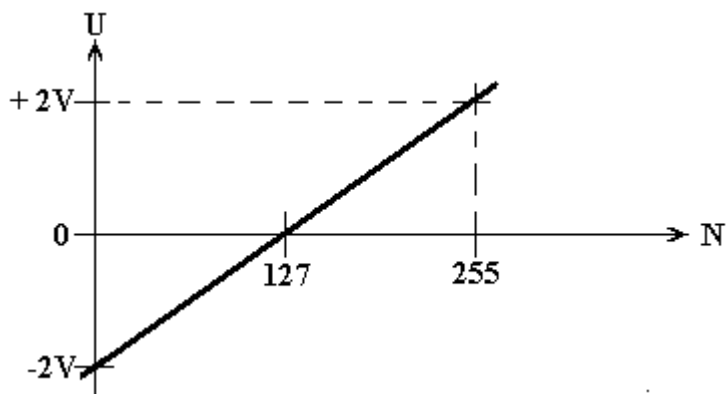


Figure II.3.1 Correspondance linéaire Code – Tension du DEP

II-3-1-2 pré-réglage du DEMR

La tension de sortie du DEMR à appliquer à l'entrée du CAN pour la numérisation du courant à valeur algébrique doit rester positive ($0V < u_s < 2,5V$). Le courant négatif de cette réaction (réduction de la solution) doit correspondre à une tension de sortie positive du DEMR. Le courant négatif minimal mesurable doit s'aligner à la tension de sortie nulle, et le courant positif maximal à la tension de sortie 2,5V. Car ces valeurs analogiques extrêmes s'alignent, d'après les caractéristiques du CAN, aux codes numériques $N = 0$ et $N = 255$.

En annulant le courant de réaction (donc $U_m = R_{mi} = 0$), électrode de référence déconnectée, nous avons ajusté le potentiomètre de zéro (fig. II.2.4) pour ramener la sortie du DEMR à 1,25V.

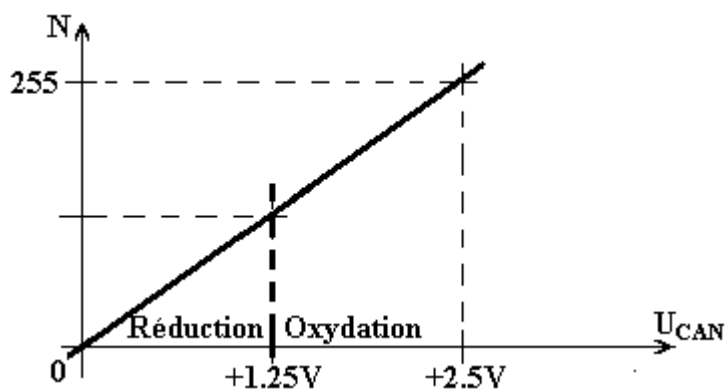


Figure II.3.2 Correspondance linéaire entre la tension de sortie DEMR et le code courant

II-3-2 - Mise au point du code de courant nul

Après avoir ajusté le zéro et le gain du DEMR, la détermination expérimentale du code numérique exact I_{0R} , pour le courant nul de réaction, fut nécessaire. Car ce code est unique mais à priori inconnu. Il fut désigné sous le nom de zéro-courant. En effet le pré-réglage du zéro analogique et du gain de DEMR ne nous permet pas de définir la valeur exacte du zéro-courant.

Une valeur d'essai approximative I_0 (zéro-courant hypothétique) doit être transférée au programme qui lit le code de courant de réaction, pour tout potentiel redox imposé et qui évalue et trace la courbe $I = f(U)$.

Pour le programme conçu dans ce chapitre, la valeur du code I du courant, à placer dans le plan de système d'axes (U,I), est définie par la différence :

$I = I_{MES} - I_{0R}$ où I_{MES} est le code réellement lu (mesuré) et I est le code enregistré qui représente en définitif le courant

Ainsi pour le programme, une valeur constante I_{MES} réellement lue, égale à I_{0R} , doit donner une droite qui coïncide avec l'axe des U, c'est-à-dire confondue avec la droite de courant nul. Si un courant réel nul ne donne pas une droite confondue avec l'axe des U alors c'est la valeur hypothétique I_0 attribuée à I_{0R} qui doit être changée.

Détermination expérimentale de I_{0R}

Les électrodes furent débranchées pour annuler le courant réel qui traverse le système électrochimique. Puis le programme fut lancé pour tracer $I_{0R} = f(U)$ avec une valeur hypothétique de I_0 . La droite obtenue représentant $I = I_{0R} - I_0$ est confondue avec l'axe des U dès que la valeur de I_0 est le zéro-courant.

Nous évaluons graphiquement la valeur de I_{0R} , tracée sous forme de droite horizontale (avec du bruit de fond) par rapport à I_0 hypothétique qui est matérialisé par l'axe des U.

Si la droite prélevée (avec le bruit parasite) se trouve au-dessus de l'axe horizontal U des potentiels, comme le cas présenté sur la figure V-II-1 de la page 80, alors $I = I_{0R} - I_0 > 0$, la valeur hypothétique introduite I_0 (représentée par l'axe des U) est inférieure à la valeur réelle I_{0R} . La valeur I_0 du code qui fait coïncider la droite avec l'axe des potentiels comme l'indique, la figure V-II-2 de la page 81 où $I=0$ ou encore $I_{mes}=I_{0R}=I_0$, est fixée définitivement comme celle du code de courant nul dans le programme.

II-3-3 Recherche préliminaire du potentiel d'équilibre en mode impulsion

La connaissance du potentiel d'équilibre U_s est indispensable au processus de mesure. En effet chaque pause, après émission de l'impulsion sonde, sous-entend le retour du système à l'état d'équilibre, c'est à dire la tension U_0 appliquée durant cette pause doit s'identifier à la tension d'équilibre réel U_s , avant toute perturbation. Cette tension d'équilibre est à priori inconnue au début des mesures. Une recherche préliminaire de ce potentiel réel s'avère primordiale. L'annulation du courant de réaction constitue le critère de l'équilibre entre l'électrode et la solution. Il y a équilibre quand la tension sonde est égale à U_s . La recherche par sondage en tension doit s'effectuer nécessairement par intervalle de travail étroit pour éviter toute réaction superflue entraînant un déséquilibre excessif du système. Quand U_0 est encore différent de U_s , le courant de pause ne s'annule pas en principe. On risque en conséquence d'avoir une réaction prolongée de la solution durant les intervalles de pause entre impulsions de mesure, soit d'oxydation si U_0 est supérieure à U_s , soit de réduction si U_0 est inférieure à U_s . Si U_0 imposée est différente de U_s réelle alors on provoque un dérive permanent de U_s . Ainsi, il y a une création d'une erreur systématique sur la mesure de U_s , une erreur plus ou moins grave selon l'écart entre les deux valeurs.

La recherche du potentiel d'électrode en équilibre avec la solution, nécessite un potentiel d'équilibre hypothétique U_0 de départ, autour duquel le programme commence à effectuer les balayages de recherche et tend à se rapprocher du potentiel d'équilibre réel U_s encore inconnu.

Si lors du premier balayage autour de U_0 aucun potentiel imposé dans l'intervalle de travail n'annule le courant, alors le programme effectue un changement par un saut de valeur de code U_0 et selon le cas : vers la limite supérieure de l'intervalle de travail si les réactions mesurées restent inférieures à l'axe des U (réduction), ou vers la limite inférieure dans le cas

contraire (oxydation). Cette opération de changement de U_0 continue tant que le courant nul n'est pas atteint lors du balayage. Une fois que le potentiel d'équilibre est détecté (le potentiel à courant nul), le programme arrête la recherche et attribue au potentiel U_0 la valeur détectée U_s et commence la vraie mesure et le suivi de l'évolution de ce potentiel d'équilibre U_s .

Nous avons effectué des tests de recherche du potentiel d'équilibre u_s sur des solutions d'abord non biologiques telle que l'eau du robinet et la solution de sel NaCl. Pour l'eau du robinet nous avons testé deux échantillons : de l'eau fraîchement recueillie (Figure V-II-3 de la page 82) et de l'eau du robinet exposée à l'air libre et ayant séjourné au laboratoire pendant 24 heures (Figure V-II-4 de la page 83). La recherche effectuée sur l'eau salée est représentée en Figure V-II-5 de la page 84. Ces trois solutions furent testées chacune deux fois avec des potentiels d'équilibre hypothétiques U_0 tels que l'un est assez élevé et l'autre, assez faible, de codes respectifs 200 puis 20.

Nous avons effectué également des tests de recherche de potentiel d'équilibre sur une solution de sucre en cours de fermentation depuis 3 jours par la levure (Figure V-II-6 à V-II-8 voir pages 85 à 87). Ces tests ont démarré avec des potentiels différents, d'abord avec $u_0 = +1,137V$ puis avec $u_0 = -0,118V$ et enfin avec $u_0 = -0,573V$ c'est à dire pour les codes U_0 égaux respectivement à 200, 120 et 91.

II-3-4 Sondage en mode escalier

Nous avons effectué des prélèvements de courbes Intensité-potentiel en mode escalier sur les mêmes solutions que précédemment : sur les eaux du robinet, fraîche (Figure V-II-9 de la page 88) et non fraîche (Figure V-II-10 de la page 89), ainsi que sur l'eau salée (Figure V-II-11 de la page 90). Pour chaque solution nous avons pris 3 durées différentes de la marche d'escalier : 1ms, 2ms et 20ms. Sur la figure V-II-12 de la page 91, nous avons superposé les courbes de ces différentes solutions pour une même durée de 20ms.

II-3-5 Sondage en mode impulsion pour l'eau sucrée fermentée et non fermentée

La courbe eau sucrée fermentée de la figure V-II-13 (page 92) fut la courbe prélevée une heure après le mélange de l'eau de sucre avec une eau sucrée pré-fermentée. L'intervalle de travail élargi en code est de $2 \times 100 = 200$ soit $2 \times 100 \times 15,69mV = 3,14V$. La courbe eau sucrée est celle d'une eau sucrée avant la fermentation, avec un intervalle de travail en code de $2 \times 20 = 40$ soit $0,628V$. Ces 2 courbes furent obtenues pour des impulsions sondes de durée 5ms et de repos de 10ms.

II-3-6 Sondage en mode escalier pour l'eau sucrée fermentée

L'eau sucrée fut testée également en mode escalier de marche de 50ms (Figure V-II-14 de la page 93), mais avec deux méthodes différentes de l'enregistrement de donnée lue après chaque marche :

- 1° - l'enregistrement fut effectué sur disquette donc moins rapide mais sûr.
- 2° - il fut effectué en mémoire, puis le transfert sur disquette ne fut opéré qu'à la fin des mesures, donc avec un certain risque. Effectivement en cas de coupure de courant les données seraient perdues.

L'effet de la durée de la marche d'escalier, 20ms et 50ms, fut également testé pour l'eau sucrée fermentée (Figure V-II-15 de la page 94), les deux courbes étant enregistrées

directement en mémoire. La figure V-II-16 (page 95) compare la courbe de 50ms de marche avec enregistrement sur disquette avec celle de 100ms de marche mais en mémoire.

La figure V-II-17 (page 96) superpose les courbes de 20ms et 100ms de durée de sonde en impulsion, de même rapport cyclique 1/6, avec celles de 20ms et 100ms de durée de marche en mode escalier.

La figure IV-I-18 (page 97) superpose également 2 courbes de même durée 5ms de sonde en impulsion, mais de différentes largeurs d'intervalle 100 et 40, avec celle de 20ms de marche en mode escalier. Les autres figures V-II-19 à IV-I-24 (pages 98 à 102) montrent et comparent les courbes obtenues avec différents paramètres et conditions.

II-3-7 Effet de l'agitation

Des mesures de courant de réaction, par sondage en mode escalier, furent effectuées sur un milieu agité et sur le même milieu non agité. Les deux mesures furent réalisées pour les mêmes paramètres de balayage (Figure V-II-24 de la page 103).

II-3-8 Essai de suivi du potentiel de la réaction de MnO_4^- sur FeSO_2

A titre d'essai sur le suivi de l'évolution du potentiel d'une réaction redox, la réaction de l'ion MnO_4^- sur l'ion Fe^{++} a été réalisée. Les électrodes du DEMR furent immergées dans une solution de FeSO_2 et des gouttes de K_2MnO_4 tombaient régulièrement dans la solution avec l'aide d'une burette maintenue au dessus de la solution agitée. Le programme suivait l'évolution du potentiel d'équilibre par la détection de l'annulation de courant. La fréquence des gouttes n'était pas assez lente pour afin de permettre l'établissement de l'équilibre électrochimique. Néanmoins, la courbe obtenue présentée en figure V-II-25 (page 104) montre un saut appréciable du potentiel redox.

CHAPITRE III

ACQUISITION DE DONNEES A TRAVERS LE PORT PARALLELE

III.1 PRESENTATION ET CONCEPTION DE LA NUMERISATION DE SIGNAUX ANALOGIQUES

L'incorporation de l'ordinateur dans une chaîne de mesure présente beaucoup d'avantages par rapport à la méthode classique avec la manipulation des instruments : acquisition automatisée de données, facilité de présentation sous forme de courbes et sauvegarde des résultats de mesure, traitement ultérieur adaptable à divers logiciels (avec Excel par exemple).

Tout phénomène naturel étant décrit par des grandeurs analogiques, toute chaîne de mesure a pour mission d'évaluer des grandeurs naturelles analogiques, c'est-à-dire des grandeurs soumises à des variations continues, avec des valeurs décrites par l'ensemble des nombres réels. Malheureusement l'ordinateur ne peut communiquer avec l'extérieur qu'en langage numérique, c'est-à-dire avec l'aide de codes numériques sous forme de nombres entiers. Les valeurs analogiques naturelles ne sont pas compréhensibles directement par l'ordinateur. Les valeurs analogiques du monde réel doivent être converties en des codes numériques pour être traitées par l'ordinateur.

Le but de cette partie du présent travail est de réaliser deux variantes simples de convertisseurs, assez lentes par rapport aux convertisseurs habituels, comme celui utilisé aux deux chapitres précédents. La lenteur de l'évolution des paramètres en biotechnologie n'exige pas de convertisseur rapide, purement électronique. En biotechnologie, il est très rare de pouvoir apprécier la variation d'un paramètre physico-chimique d'un système au bout de quelques secondes, même au bout d'une minute. Il est alors possible d'utiliser un CAN assez lent, utilisant un minimum de composants électroniques mais piloté par un programme. Puisque tout ordinateur possède un port parallèle pour l'imprimante, nous avons profité de l'existence de ce port parallèle, à base duquel nous avons construit nos deux convertisseurs. En effet la majeure partie de l'électronique de nos convertisseurs est déjà assurée par l'interface de l'imprimante, avec ses registres d'entrée et de sortie préexistants.

III-1-1 Le rôle du CNA et son principe de fonctionnement

Un Convertisseur Numérique Analogique ou CNA (en anglais DAC : Digital to Analog Converter) convertit les signaux logiques (numériques) en tension analogique. [11]

Le rôle du Convertisseur Numérique Analogique (CNA) est de fournir un signal sous forme de tension électrique U_s hors de l'ordinateur, signal représentant l'image analogique d'un code numérique N fourni par le programme et envoyé à travers un port de sortie. Le nombre N est codé binaire (système à base 2 de l'ordinateur, ne comportant que de chiffre 0 ou 1) et exprimé par un mot de M bits

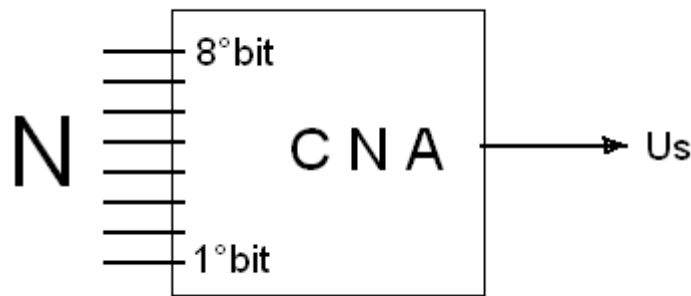


Figure III-I 1 Structure générale d'un CNA

Le signal analogique obtenu à la sortie du CNA ne varie pas d'une façon continue comme dans le signal issu d'un phénomène naturel. Ce signal analogique varie par saut, de valeur bien définie qui détermine la quantification du CNA. [5] [14] [15]

La courbe (en marches d'escalier) traduisant la dépendance de la tension U_s en fonction de la valeur numérique d'entrée N , est appelée la fonction de transfert du CNA.

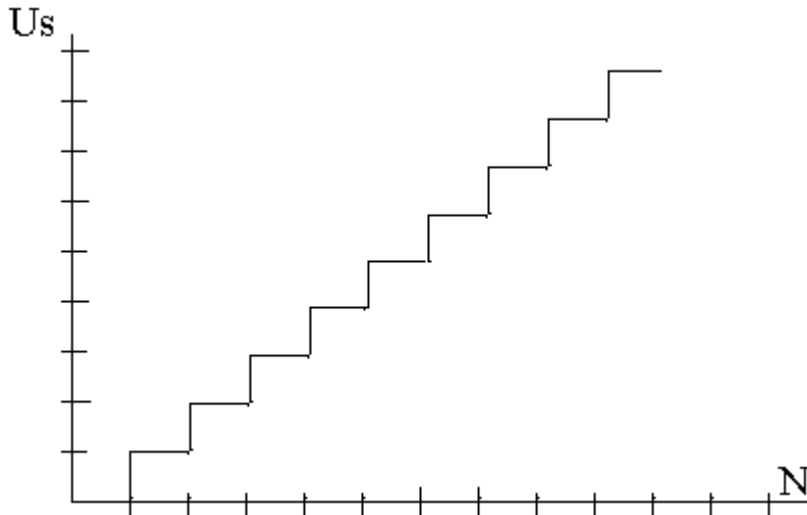


Figure III-I 2 Allure de la rampe

III-1-1-1 Sommateur à 8 entrées et son principe

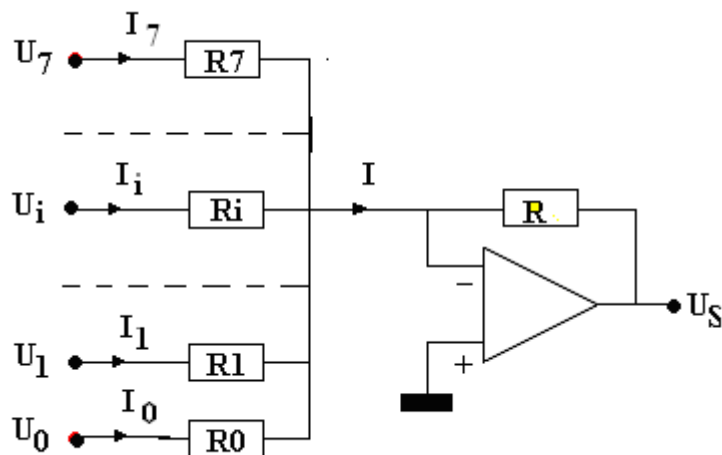


Figure III-I 3 Schéma du sommateur à amplificateur opérationnel

Un sommateur est un amplificateur inverseur à base d'un amplificateur opérationnel avec plusieurs entrées. Son rôle est de délivrer une tension U_s représentant la combinaison linéaire des tensions d'entrées U_i affectées des coefficients a_i .

$$U_s = \sum_{i=0}^7 a_i U_i$$

Où le coefficient $a_i = -\frac{R}{R_i}$

Ce qui donne :

$$U_s = -R \sum_{i=0}^7 \frac{U_i}{R_i} \quad (\text{III.1.1 1})$$

Si pour tout i , $R=R_i$ alors la tension de sortie U_s est l'opposée de la somme des tensions U_i , ce qui lui donne le nom de sommateur.

Pour avoir un escalier ascendant, nous devons placer après ce sommateur (inverseur), un autre inverseur, pour obtenir une tension de sortie croissante en fonction de N .

III-1-1-2 CNA à résistances pondérées

Ce type de CNA repose sur un sommateur, dont les tensions d'entrées à travers les résistances R_i sont les tensions représentant les codes binaires du nombre N à l'entrée. En binaires les symboles logiques 0 et 1 se matérialisent électriquement par 0 volt et 5 volts. Pour ce type de CNA, la base de sa réalisation se trouve dans le choix des valeurs des résistances R_i .

Calcul des relations entre R_i

1-Equation du sommateur obligatoire.

Puisque le CNA à réaliser fut à base d'un sommateur à 8 entrées, donc l'équation (III.1.1 1) du sommateur s'applique automatiquement. Les tensions U_i à l'entrée du sommateur sont les tensions images des codes binaires représentant le nombre N .

2-Linéarité entre N et la tension analogique de sortie du CNA

Nous avons conçu et réalisé un CNA linéaire, c'est-à-dire un CNA qui délivre à la sortie une tension U_s proportionnelle au nombre N , donc vérifie la relation :

$$U_s = k.N \quad (\text{III.1.1 2})$$

Ici k est le coefficient de conversion du CAN.

3-Expression de N dans le système binaire

Le nombre N étant exprimé en binaire alors sa représentation est de la forme

$$N = (b_i) = (b_7, b_6, \dots, b_1, b_0) \quad (\text{III.1.1 3})$$

Où b_i est un chiffre binaire égale à 0 ou 1

Ce qui donne dans le système à base 2, une expression mathématique de N :

$$\begin{aligned} N &= b_7.2^7 + b_6.2^6 + \dots + b_1.2^1 + b_0.2^0 \\ &= \sum_{i=0}^7 b_i.2^i \end{aligned} \quad (\text{III.1.1 4})$$

En notant par E la tension de 5 volts, représentant le chiffre binaire 1, la tension U_i image du $i^{\text{ème}}$ bit est :

Pour tout I :

$$U_i = b_i \cdot E \quad (\text{III.1.1 5})$$

b_i étant les chiffres binaires de l'équation (III.1.1 3)

Les cinq équations précédentes nous permettent de trouver les relations nécessaires.

En remplaçant U_s et N de (III.1.1 2) par leurs expressions dans (III.1.1 1) et (III.1.1 4), nous avons :

$$R \sum_{i=0}^7 \frac{U_i}{R_i} = k \sum_{i=0}^7 b_i 2^i$$

En remplaçant U_i maintenant par sa valeur dans (III.1.1 5) on obtient :

$$R \cdot E \sum_{i=0}^7 \frac{b_i}{R_i} = k \sum_{i=0}^7 b_i 2^i \quad (\text{III.1.1 6})$$

Où R, E et k sont des constantes.

La relation (III.1.1 6) montre que R_i est inversement proportionnel à 2^i .

Quel que soit i, nous devons ainsi avoir la relation :

$$2R_{i+1} = R_i$$

D'une manière générale nous exprimons exprimer tout R_i en fonction de la plus petite qui est R_7 :

$$R_i = 2^{7-i} R_7 \quad \text{ou bien} \quad \frac{1}{R_i} = \frac{2^i}{2^7 R_7}$$

En remplaçant $1/R_i$ par sa valeur dans l'équation (III.1.1 6), nous aboutissons à l'identité suivante:

$$\frac{RE}{2^7 R_7} \sum_{i=0}^7 b_i 2^i = k \sum_{i=0}^7 b_i 2^i$$

$$\text{d'où} \quad k = \frac{RE}{2^7 R_7} = \frac{RE}{128 R_7} \quad (\text{III.1.1 7})$$

La valeur d'un saut de tension k, correspondant à une variation d'une unité de code numérique N, est proportionnelle au rapport $\frac{R}{R_7}$

III-1-1-3 CNA à réseau R-2R

Le deuxième type de CNA réalisé fut le CNA R-2R ; C'est un CNA basé sur un réseau électrique, composé uniquement de résistances R puis 2R. Ce type de CNA est facile à réaliser. Mais nous avons toujours besoin d'amplificateur pour obtenir un niveau de signal acceptable.

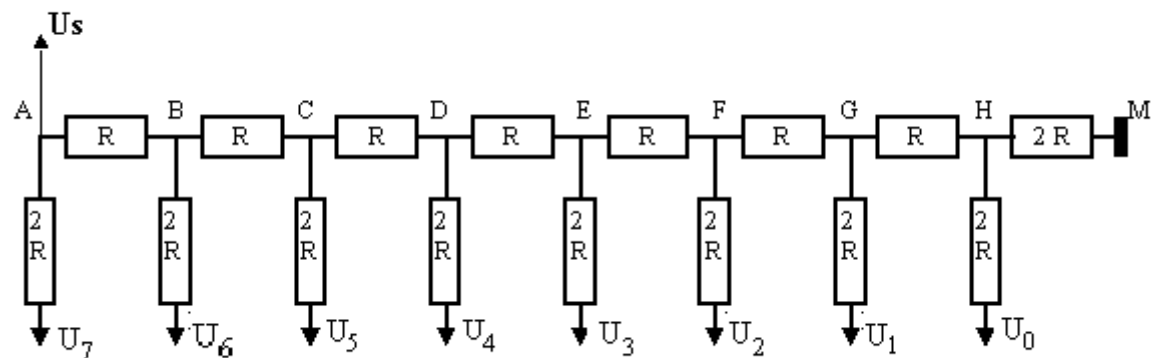


Figure III-I 4 Réseau de type R-2R

Les tensions U_i sont les mêmes que celles du sommateur du type précédent. Ce sont ces tensions qui représentent électriquement en code binaire le nombre N d'entrée. [14] [15] [16]

III-1-1-3 -1 Détermination des particularités du réseau R-2R

1-Résistance équivalente du réseau

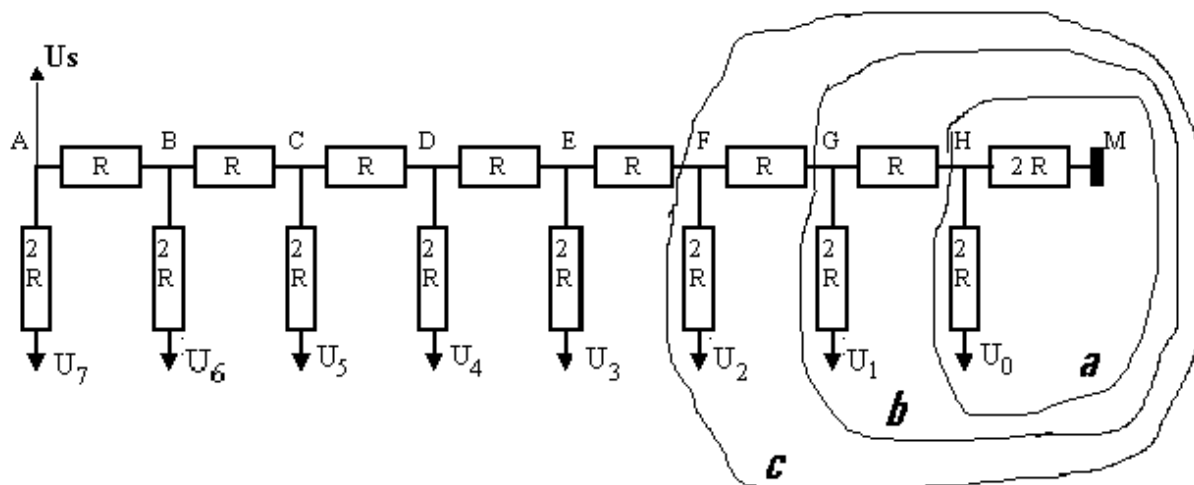


Figure III-I 5 Découpage en cellules du réseau

Toute tension U_i peut être remplacée par un générateur de Thévenin de résistance interne nulle. En effet ces tensions sont délivrées par des circuits TTL de résistance de sortie négligeable.

Premièrement considérons la résistance équivalente par rapport aux bornes H et M de la partie *a* du réseau. Nous trouvons facilement qu'elle vaut R , elle est formée de deux résistances $2R$ montées en parallèle.

La partie *b* du réseau vue des bornes G et M, admet également une résistance équivalente R . En effet le circuit *a* étant remplacé par sa résistance équivalente R , nous nous ramènon exactement à la situation précédente du circuit *a*.

Il en est de même des résistances équivalentes des autres parties semblables du réseau. Chacune de ces parties admet une résistance équivalente égale à R .

2-Effet de chaque tension d'entrée U_i sur la tension de sortie U_s

Considérons premièrement la tension U_s provoquée seule par la dernière entrée U_7 , c'est à dire en appliquant à cette entrée la tension $E = 5$ volts, toutes les autres entrées étant reliées à la masse, à 0 volt.

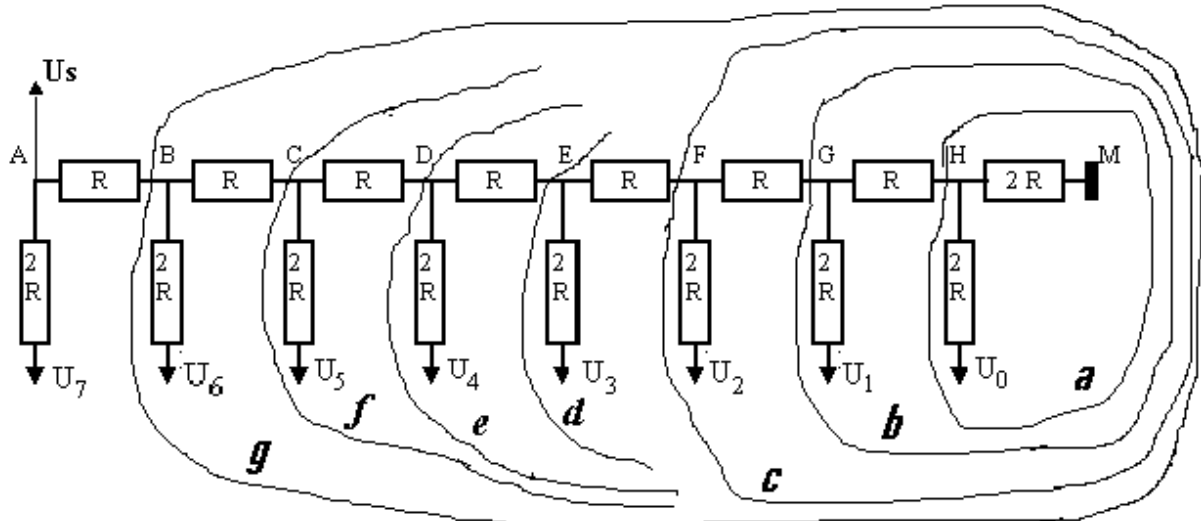


Figure III-1 6 Découpage en cellules et méthode de calcul

Sachant que le circuit g est équivalent à R , et que U_7 est égale à E , alors la tension de sortie $U_s(7)$, obtenue à travers un pont diviseur équivalent (composé de $2R$ et $2R$), est égale à la moitié de U_7 :

$$U_s(7) = \frac{E}{2}$$

Déterminons maintenant $U_s(6)$ l'effet de U_6 seule sur la tension de sortie U_s .

Avant de calculer $U_s(6)$, nous subdivisons d'abord tout le réseau en trois parties :

- 1- La partie f qui va être remplacée par la résistance équivalente R .
- 2- La partie g qui contient la partie f et le générateur $U_6 = E$. Cette partie sert de base au calcul de $U_s(6)$.
- 3- La partie à gauche de g , qui dans un premier temps est déconnectée de g , afin de pouvoir appliquer le théorème de Thévenin à g . Vue des bornes B et M , la partie g , d'après ce théorème, peut être remplacée par un générateur de f.é.m ϵ_6 égale à U_{BM} (sans la partie à gauche de g).

III-1-1-3 -2 Détermination de la tension de sortie $U_s(6)$

La partie à gauche de g étant déconnectée et compte tenu de la résistance équivalente de f qui est égale à R , le circuit g est équivalent au schéma suivant :

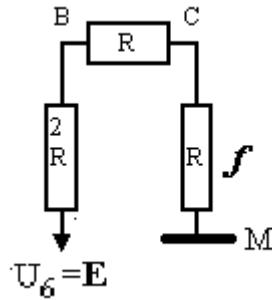


Figure III-I 7 Schéma équivalent du réseau découpé

D'après ce schéma, la force électromotrice $\mathcal{E}_6 = U_{BM}$, du générateur de Thévenin est égale à $E/2$ et la résistance interne (vue des bornes B et M) de ce générateur n'est autre que l'équivalente de deux résistances identiques $2R$ montées en parallèle, donc égale à R .

Par conséquent, la partie g peut être remplacée par le générateur de Thévenin suivant :

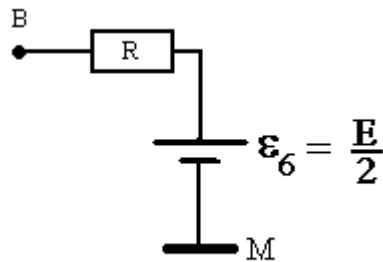


Figure III-I 8 Générateur équivalent de Thévenin

La dernière étape de calcul de U_s consiste à connecter la partie enlevée contenant le point A de tension $U_s = U_s(6)$ à déterminer. Ce qui amène au schéma suivant :

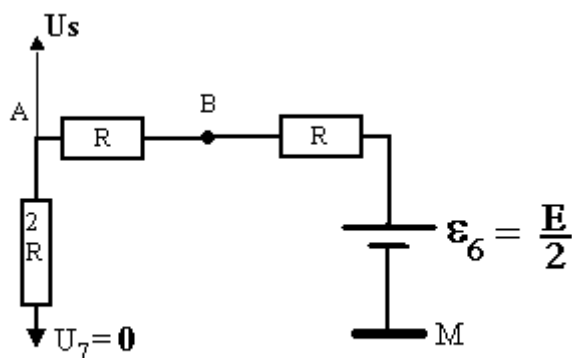


Figure III-I 9 Application du théorème de Thevenin

La tension de sortie $U_s(6)$ provoquée par U_6 seule est ainsi égale à

$$U_s(6) = \frac{E}{4}$$

Nous pouvons procéder analogiquement pour déterminer la tension de sortie $U_s(5)$ provoquée par l'entrée U_5 seulement. Nous considérons dans ce cas la partie **f** seulement sans la partie de gauche comprenant les points B et A. Nous en obtenons le même générateur de Thévenin que dans le cas précédent, dont la f.é.m est $\mathcal{E}_5 = U_{CM} = E/2$ et de résistance interne R. Puis nous reconsidérons la partie g sans la partie se trouvant à sa gauche, comme un autre nouveau générateur de Thévenin de f.é.m $\mathcal{E}_6(5) = U_{BM} = E/4$, au lieu de $E/2$ du cas précédent. Ce qui donne à la fin une tension de sortie $U_s(5) = \mathcal{E}_6(5)/2 = E/8$.

III-1-1-3 -3 Détermination de la tension de sortie U_s du réseau

D'une manière générale, pour tout i , la tension de sortie provoquée par la $i^{\text{ème}}$ entrée seule est donnée par :

$$U_s(i) = \frac{E}{2^{8-i}} = \frac{E}{2^8} 2^i$$

Donc pour un nombre N donné de codes binaires : $(b_7, b_6, \dots, b_i, \dots, b_1, b_0)$, la $i^{\text{ème}}$ tension d'entrée est

$$U_i = b_i \cdot E$$

quel que soit i avec b_i est égal à 0 ou 1

Et par le principe de la superposition, l'effet total U_s de toutes les tensions d'entrée, correspondant électriquement au nombre N, se présente sous forme de combinaison linéaire des effets individuels $U_s(i)$ affectés des coefficients b_i . Cet effet total U_s a pour expression:

$$U_s = \sum_{i=0}^7 b_i U_s(i) = \sum_{i=0}^7 b_i \frac{E}{2^8} 2^i = \frac{E}{2^8} \sum_{i=0}^7 b_i 2^i = \frac{E}{256} N$$

Ce ci montre bien que la tension de sortie du CNA est proportionnelle au nombre N d'entrée.

III-1-2 Caractéristiques du CNA [16]

III-1-2-1 Plage de conversion

Dans le cas général d'un convertisseur à B bits, la plage de conversion numérique du CNA va de 0 à $2^B - 1$. Pour notre cas $B = 8$ et la plage de conversion est $[0, 255]$. A toute valeur numérique N correspond une valeur analogique de la tension de sortie U_s et une seule.

III-1-2-2 La résolution du CNA

C'est la variation de la tension de sortie U_s correspondant à la variation d'une unité du nombre N. La résolution du CNA exprime le saut ΔU_s de la tension de sortie pour un bond d'une unité de code numérique d'entrée.

La résolution correspond donc à la variation d'une unité du code binaire. Cette unité est égale à la variation du bit de poids le plus faible (ou LSB : Least Significant Bit).

La relation entre la résolution ou **pas de quantification** (1 LSB), la plage de conversion **en tension** ($U_{S_{\max}} - U_{S_{\min}}$) et le nombre B de bits du convertisseur est donnée par l'expression suivante :

$$LSB = \frac{U_{S_{\max}} - U_{S_{\min}}}{2^B - 1}$$

III-1-2-3 Précision du convertisseur

En général, les erreurs sont données soit en pourcentage (%) de la pleine échelle (% FS pour *full scale*), soit en fraction de quantum ($\pm 1/2$ LSB par exemple).

Pour le CNA, c'est l'écart minimum de tension entre deux codes. Sa précision représente le pourcentage d'évolution de la sortie.

B	résolution		1 quantum (%)
8	1/255	=	0.391
10	1/1023	=	0.0977

III-1-3 Le rôle du CAN et son principe de fonctionnement

Le domaine numérique devient maintenant de plus en plus prédominant. Il s'est beaucoup développé grâce aux progrès réalisés par les microprocesseurs.

Le gros avantage apporté par la numérisation des signaux est la possibilité de stockage, de transformation et de restitution des données sans qu'elles ne soient altérées.

Un Convertisseur Analogique Numérique ou CAN (en anglais ADC : Analog to Digital Converter), transforme les tensions analogiques en signaux logiques (codes numériques) aptes à être traités par le microprocesseur. Cette transformation s'appelle numérisation des signaux analogiques.

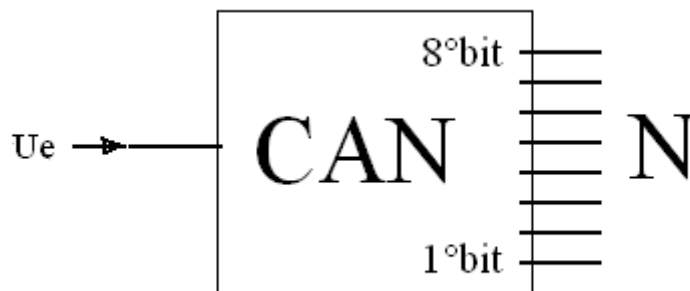


Figure III-I 10 Structure générale d'un CAN à 8 bits

Une chaîne de mesure à acquisition automatique et traitement informatisée de données à partir de signaux analogiques doit toujours comprendre un CNA.

Principe de fonctionnement : quand nous voulons numériser un signal analogique (donc continu), il va falloir le discrétiser sur deux dimensions : **le temps et l'amplitude**. En effet, une seule mesure de l'amplitude du signal est effectuée, à des instants bien déterminés : il s'agit de l'**échantillonnage** du signal.

Quant à l'amplitude, nous lui faisons correspondre une valeur unique : c'est la **quantification**. Cette valeur exprimée en un nombre entier est codée binaire.

Le but du CAN est, par conséquent, de convertir un signal analogique continu en un signal discret et cela de manière régulière (à la fréquence d'échantillonnage).

III-I-3-1 CAN à rampe

Le convertisseur crée une rampe : une tension U_r qui varie linéairement en fonction du temps. Cette tension U_r est en permanence comparée à la tension inconnue à convertir U_x . Dès que la tension U_r dépasse U_x , un compteur s'arrête et fixe la valeur finale comptée comme la valeur N du code numérique.

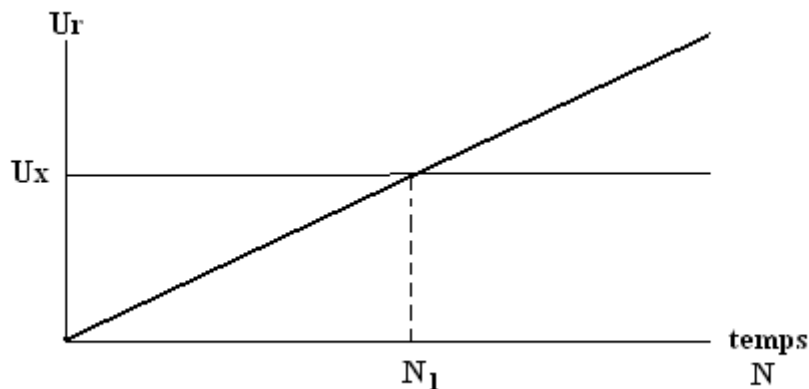


Figure III-I 11 L'intersection de la rampe avec la droite U_x définit le code N

Généralement, un convertisseur analogique-numérique possède :

- une entrée analogique U_x ,
- plusieurs sorties numériques, dont le nombre est fonction de la résolution.
- une entrée " début de conversion " qui permet de démarrer la conversion (Start),
- une sortie " fin de conversion " qui indique que la conversion est terminée (End),

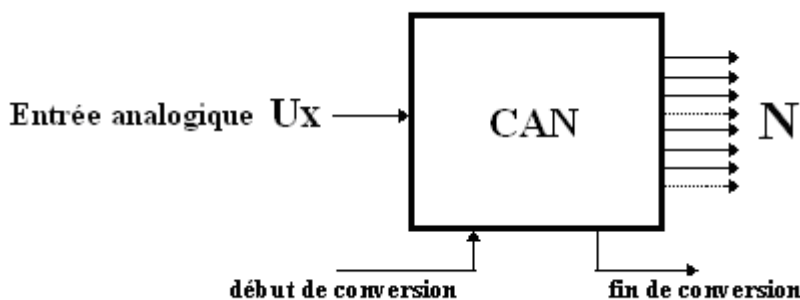


Figure III-I 12 Flux de signaux échangés lors de la conversion

Généralement la rampe s'obtient de deux façons différentes :

- **Rampe analogique** : la tension est obtenue aux bornes d'un condensateur qui se charge à travers un courant constant I . Un signal " Start " remet à zéro le compteur et décharge le condensateur. U_r croît linéairement en fonction du temps et lorsque $U_r > U_x$, un comparateur bascule: la sortie " End " change d'état et bloque le compteur à la valeur numérique N_1 correspondant à la grandeur U_x .
- **Rampe numérique** : la tension est obtenue à la sortie d'un CNA, non comme une droite continue mais en marches d'escalier. Le signal " Start " remet à zéro le compteur qui délivre

le nombre N à l'entrée du CNA et le signal d'horloge arrive au compteur qui s'incrémente et fait évoluer la sortie U_r du CNA. par bonds successifs de la valeur de la résolution. Quand $U_r > U_x$, le comparateur bloque le compteur à la valeur numérique N_1 représentant le code numérique de U_x .

III-I-3-2 Mise à profit du port parallèle et conception de CAN à base de CNA piloté par un programme

Le CAN à rampe décrit au paragraphe précédent nécessite dans les deux cas un compteur électronique. Ce qui explique la rapidité de conversion de ces CAN.

Comme il est dit plus haut, un CAN moins rapide est suffisant pour les phénomènes biologiques. Nous avons remplacé certaines parties de l'électronique, comme le compteur, dont la fonction fut incluse dans le programme de pilotage. Le programme incrémente le nombre N , à un rythme donné et l'envoie à travers le port de sortie au CNA, pour l'obtention de la rampe numérique. Au lieu d'un CNA contrôlé par un compteur électronique, un CNA piloté par un programme fut monté. Et un CAN hybride à base de ce CNA piloté fut monté. Selon le schéma de principe du paragraphe précédent, le signal Start est le nombre N nul lui-même et le signal End est le changement d'état d'un comparateur, dont la sortie est reliée à l'ordinateur à travers un port d'entrée, consultable à tout moment par le programme.

Puisque ce CAN reste toujours en interaction avec le programme de pilotage, un port de sortie et un port d'entrée sont nécessaire pour assurer les échanges d'information. Nous profitons pour cela l'existence de l'interface parallèle de l'imprimante, qui met à notre disposition un port de sortie de 8 bits et un port d'entrée de 5 bits.

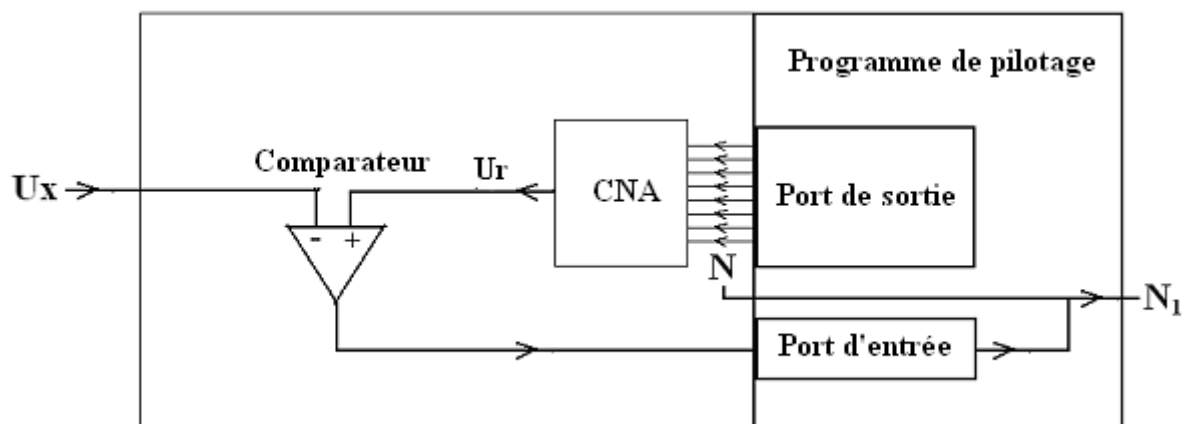


Figure III-I 13 Structure générale d'un CAN hybride à base de CNA

III-1-4 Caractéristiques du CAN [16]

III-1-4 -1 Plage de conversion du CAN

Le convertisseur délivre en sortie un nombre fini de codes numériques, correspondant à une gamme de tension analogique d'entrée bornée $[V_{min}, V_{max}]$: c'est la plage de conversion (ou tension de pleine échelle) du convertisseur.

III-1-4 -2 Résolution.

Le signal numérisé est d'autant plus riche en information que l'intervalle de tension ΔU_e qui est codé par le même nombre binaire est petit, et ceci à plage de conversion donnée.

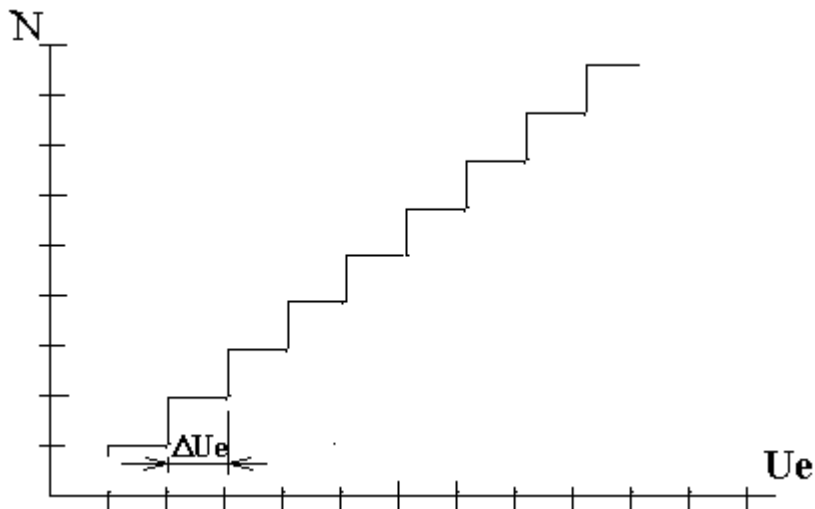


Figure III-1 14 L'allure de la rampe et la résolution du CAN

La résolution du CAN est l'intervalle de tension d'entrée à laquelle correspond un même nombre binaire.

La résolution correspond donc à la variation d'une unité du code binaire ; cette unité est égale à la variation du bit de poids le plus faible (LSB = least significant bit en Anglais). Si on désigne par $(U_{e \text{ max}} - U_{e \text{ min}})$ la plage de conversion et N le nombre de bits du convertisseur, nous avons la relation :

$$LSB = \frac{U_{e \text{ max}} - U_{e \text{ min}}}{2^N}$$

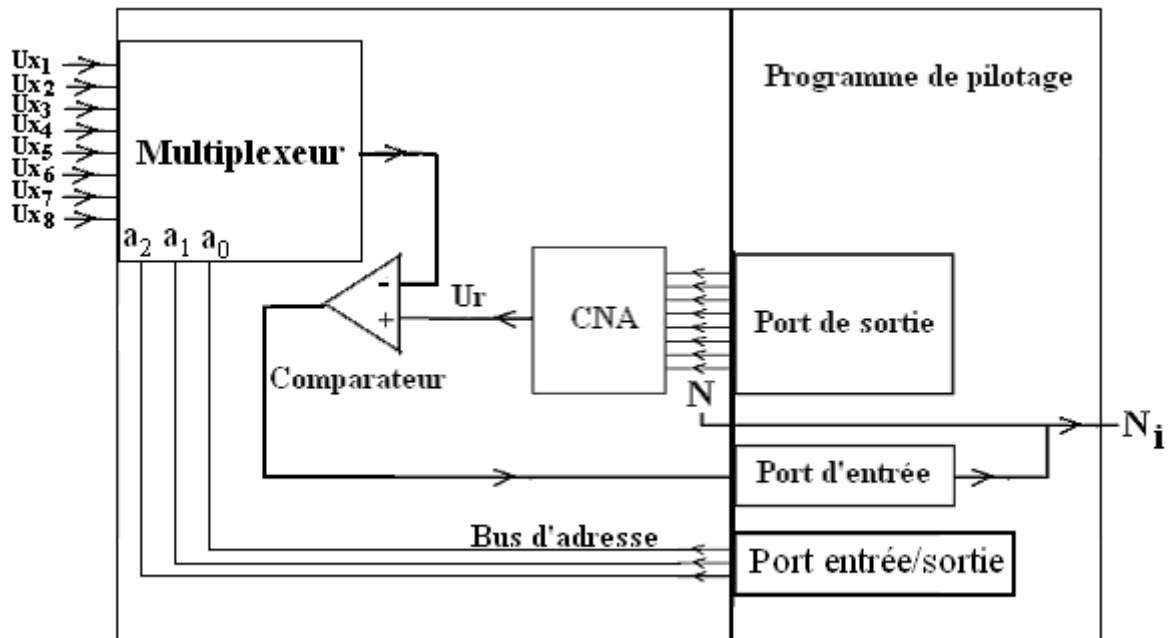
III-1-4 -3 Précision du convertisseur

Pour obtenir la précision globale du convertisseur, toutes les erreurs de différents types sont cumulées

En général, ces erreurs sont données soit en pourcentage (%) de la pleine échelle (% FS pour full scale), soit en fraction de quantum ($\pm 1/2$ LSB par exemple).

III-2-2 CAN à 8 entrées

III-2-2-1 Schéma



CAN à 8 entrées

Figure III-2 2 Structure du CAN hybride multiplexé à 8 voies

III-2-2-2 principe

Ce CAN a la possibilité de convertir 8 grandeurs analogiques différentes : U_{x1} à U_{x8} . Il utilise une même rampe numérique, un seul comparateur et un seul bit du port d'entrée, pour toutes les huit grandeurs U_{xi} . La rampe numérique, fournie par un CNA à base de réseau R-2R, fut contrôlée par le programme de pilotage comme dans le cas de CAN à 5 entrées précédent. Ce CAN à 8 voies est doté d'un multiplexeur à 8 entrées analogiques U_{xi} du type MUX4051. Le rôle de ce multiplexeur est de sélectionner une entrée analogique parmi les 8, et l'oriente vers le comparateur pour être analysée. Chaque entrée analogique possède une adresse de sélection, adresse codée avec l'aide des trois bits $a_2a_1a_0$ du port d'entrée/sortie de l'interface parallèle, selon le tableau suivant :

Tableau III-2-1 Les adresses de sélection de voies par le multiplexeur

Entrée	1°	2°	3°	4°	5°	6°	7°	8°
Adresse ($a_2a_1a_0$)	000	001	010	011	100	101	110	111

Le programme sélectionne l'entrée concernée en envoyant son adresse à travers les 3 bits parmi les 6 possibles, du port d'entrée/sortie. Après la sélection il lance la rampe. A chaque valeur donnée N du CNA, le programme détecte la fin de la conversion en analysant le seul bit de réponse du port d'entrée. A la fin de conversion il attribue, à la grandeur

analogique sélectionnée, la valeur numérique N du CNA qui a provoqué le basculement du comparateur.

III-3 EXPERIMENTATION ET MISE AU POINT

III-3-1 Réglage du zéro et de la pente de la rampe numérique

Le réglage de zéro et de la pente de la rampe s'effectue au niveau du deuxième inverseur après le sommateur. Le schéma de ce deuxième inverseur est le suivant :

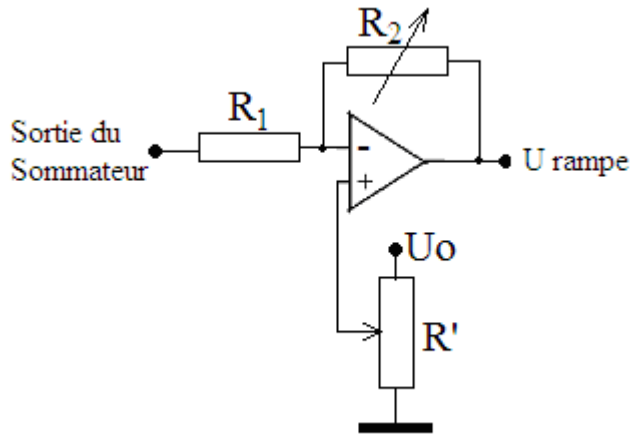


Figure III-3 1 Circuit d'adaptation de zéro et de la pente de la rampe

III-3-1-1 Mise au point du zéro

Nous imposons par le programme un nombre N nul à l'entrée du CNA. La mise au point du zéro de la rampe consiste à ajuster le potentiomètre **R'** afin d'obtenir une tension de rampe U_r nulle. Si la remise à zéro est impossible, alors on applique une autre tension fixe U_0 de signe contraire, puis on recommence la remise à zéro.

III-3-1-2 Test de la rampe en marches d'escalier et mise au point de la linéarité

Le programme de pilotage de la rampe numérique pour le tester est lancé. Nous vérifions ensuite la linéarité de la rampe en comparant les sauts de la tension de sortie du CNA. Chaque saut de tension doit avoir approximativement la même valeur. Une variation remarquable du saut est due à la non-conformité des valeurs de résistances R_i du sommateur, à la relation :

$$R_i = 2^{7-i} R_7$$

Nous devons procéder à une vérification expérimentale de toutes les valeurs des résistances et au remplacement éventuel de certaines d'entre elles.

III-3-1-3 Mise au point de la pente

La pente de la rampe est en relation étroite avec la plage de conversion du CAN. Puisque la tension minimale est $V_{min}=0$, donc la pente est déterminée par $V_{max}/255$. C'est pourquoi la fixation de V_{max} définit la pente.

Une fois la linéarité assurée, nous avons fait envoyer au CNA le nombre maximal $N=255$, puis avec la résistance R_2 du deuxième inverseur, nous ramenons la tension de sortie du CNA à V_{max} .

III-3-1-4 Réglage du pont diviseur du comparateur pour le signal de retour

Le programme reconnaît le signal de fin de conversion à travers le bit (ou les bits) du port d'entrée. En principe quand le bit consulté est nul, la conversion n'est pas encore terminée. Lorsque le comparateur bascule de -5 volts à $+5$ volts, le bit correspondant est à 1, ce qui marque la fin de conversion donc attribution du code numérique. La mise au point est nécessaire quand la sortie du comparateur est à -5 volts. En principe la tension négative ne doit pas attaquer l'entrée du port de lecture. Cette entrée est soit à $+5$ volts pour la valeur logique '1', soit à 0volt pour la logique '0' et non à une tension négative.

La tension à vide, mesurée à un bit du port d'entrée, est en général supérieure à 3V. Par contre lorsque la conversion n'est pas encore terminée, la tension de sortie du comparateur est négative (-5 Volts). Quand la sortie du comparateur est reliée à un bit du port d'entrée, il existe un risque d'obtention d'une tension d'entrée négative. Alors qu'en régime normal de fonctionnement on doit avoir une tension nul au bit d'entrée quand la conversion n'est pas terminée. C'est pourquoi nous devons prévoir un diviseur de tension réglable à la sortie du comparateur avant d'attaquer le bit d'entrée, afin de pouvoir ramener la tension négative à une tension nulle caractérisant la logique '0'.

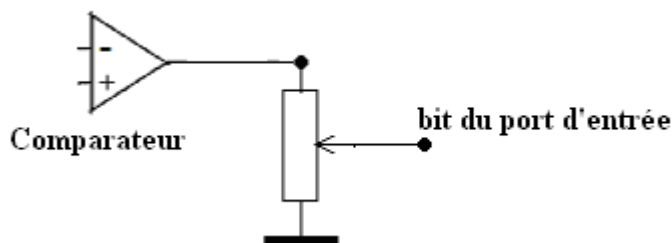


Figure III-3 2 Circuit d'adaptation de la sortie du comparateur à l'entrée du port

III-4 PROGRAMMES DE PILOTAGE DE CAN

Les listings des programmes sont consultables en annexes II.

III-4-1 Programme de pilotage pour CAN à 5 entrées

Ce programme pilote le CAN à 5 voies d'entrée analogique utilisant l'interface parallèle de l'imprimante. Pour chaque voie analogique, le tableau suivant indique les caractéristiques des bits correspondants du port d'entrée de l'interface:

Tableau III-4-1 Connexion des 5 voies aux bits du port d'entrée

Voie d'entrée analogique	Rang du bit du port	Nom du bit	Poids du bit
1°	4°	ERROR	8
2°	5°	SLCT	16
3°	6°	PE	32
4°	7°	ACK	64
5°	8°	BUSY	128

Le programme de pilotage doit assurer les tâches suivantes:

- Enregistrer dans un fichier particulier de nom logique « InterrupFl » le temps (date, heure, minute et seconde) de démarrage de mesure après interruption, quelle qu'en soit la cause. Il enregistre également dans ce fichier la taille cumulée de données enregistrées avant l'interruption.
- Effectuer à des intervalles bien déterminés, les mesures des 5 grandeurs.
- Assurer la rampe numérique de la conversion en augmentant régulièrement le nombre N à l'entrée du CNA.
- Détecter après chaque incrémentation de N, tout changement de bits du port d'entrée.
- Enregistrer les valeurs numériques de conversion dans des fichiers correspondant aux valeurs analogiques converties
- Tracer en même temps à l'écran les courbes d'évolution des 5 différentes grandeurs analogiques.

Pour l'application industrielle en sériciculture (élevage de vers à soie), le programme effectue également la mesure de l'humidité relative de l'air ambiant.

III-5 APPLICATIONS INDUSTRIELLES DES CAN

III-5-1 Application du thermomètre électronique en sériciculture

Le thermomètre électronique fut mis à l'épreuve au centre séricicole (élevage de vers à soie) d'Andohatanjona Soavinimerina Mahitsy Antananarivo, pour le suivi et contrôle de la température et surtout de l'humidité d'un insectarium, des larves de vers à soie sont élevées. La température et de l'humidité à l'intérieur de l'insectarium jouent un rôle physiologique important pour les larves et les feuilles dont elles se nourrissent. Le contrôle de ces deux paramètres physiques s'avère nécessaire pour la bonne conduite de l'élevage des vers à soie et par conséquent pour l'amélioration du rendement de production en fil de soie.

L'efficacité de notre régulateur thermique décrit dans le chapitre 1 fut également testée, pour stabiliser la température à l'intérieur de l'insectarium, face à la variation des conditions météorologiques externes.

L'insectarium présente une certaine particularité qu'il faut prendre en compte. Ce système n'est pas fermé car des ouvertures sur l'extérieur sont prévues pour les échanges de gaz, en particulier celui de l'oxygène et celui du gaz carbonique.

Afin de pouvoir évaluer l'efficacité du régulateur, nous avons enregistré les évolutions des températures interne et externe. Deux thermomètres électroniques furent utilisés, dont les capteurs étaient placés l'un à l'intérieur de l'insectarium et l'autre à l'extérieur.

Le suivi de l'humidité relative de l'atmosphère qui régnait à l'intérieur de l'insectarium fut également assuré, avec l'aide de deux autres thermomètres dont les courbes d'étalonnage ne sont pas forcément identiques et dont les capteurs sont placés côte à côte à l'intérieur de l'insectarium.

Puisque l'expérience fut menée au mois de décembre, en pleine saison de pluie, des interruptions de mesures, dues aux pannes de courant électrique, devaient arriver par moments, avec des fréquences et durées imprévisibles. Le programme fut adapté en conséquence pour enregistrer les moments de ces interruptions afin de pouvoir évaluer ultérieurement leurs durées. Ce fut possible grâce à l'horloge interne de l'ordinateur qui fonctionne continuellement indépendamment de l'alimentation de la machine. Le programme, à chaque démarrage automatique, consultait et enregistrait dans un fichier le temps et la capacité cumulée de données enregistrées. Puisque la fréquence de mesure fut connue, la durée de l'interruption fut déterminée par la différence des temps successifs enregistrés et la durée de mesure, évaluée à travers la capacité de données prises entre ces deux moments. C'est pourquoi des discontinuités s'observent sur les courbes de valeurs prélevées, discontinuités qui marquent les interruptions de mesure.

III-5-1-1 Mise en place des thermomètres et du régulateur thermique

Les valeurs analogiques T des températures indiquées par les thermomètres devaient être converties en codes numériques N qui furent lus directement par l'ordinateur à travers le CAN à 5 voies dont :

- voie 1 : thermomètre du régulateur (en bas de la serre, près du chauffage)
- voie 2 : température extérieure
- voie 3 : température intérieure de la serre
- voie 4 : température sèche pour la mesure de l'humidité
- voie 5 : température humide pour la mesure de l'humidité

Les courbes d'étalonnages des thermomètres utilisés furent établies sur la figure V-III-1 (page 105).

Une fois les thermomètres étalonnés, le processus de suivi et le contrôle des paramètres physiques de l'insectarium commença. L'évolution des températures intérieure et extérieure est présentée sur la figure V-III-2 (page 106), et celle des températures sèche et humide sur la figure V-III-3 (page 107).

III-5-1-2 mesure de l'humidité relative

La méthode utilisée pour mesurer l'humidité relative à l'intérieur de l'insectarium, fut celle qu'utilisait habituellement le centre séricicole: c'est la méthode psychrométrique. Elle consistait à mesurer les températures sèche et humide, indiquées respectivement par un thermomètre dit sec et par un thermomètre dit humide.

Le capteur du thermomètre humide est plongé dans une atmosphère saturée d'eau, tout en restant en communication avec l'air ambiant. Habituellement ce capteur, suspendu dans l'air, est entouré d'une mèche imbibée d'eau. L'autre bout de la mèche fut immergé dans un petit récipient contenant de l'eau.

Pour effectuer une mesure automatique de l'humidité relative, les codes numériques N des températures furent interprétés par le programme et reconvertis en valeurs thermiques exprimées en °C avec l'aide du fichier d'étalonnage. Ce fichier contient les données de la courbe d'étalonnage des thermomètres sec et humide. Après reconversion le programme consulte le fichier de la table à 2 entrées. L'une des entrées est celle de la température sèche et l'autre celle de la différence sèche-humide. Cette table ou abaque de l'humidité, fut présentée sous forme de matrice dont les éléments sont enregistrés dans le fichier. Ainsi, connaissant les valeurs des deux températures (sèche et humide) mesurées en voies 4 et en voie 5 du CAN, l'ordinateur peut déterminer à tout instant, la valeur rH de l'humidité relative.

Les valeurs lues des températures furent immédiatement enregistrées en groupe avec celle de l'humidité (Tsec,Thumide,rH) dans un nouveau fichier, en vue d'une analyse ultérieure éventuelle.

L'humidité relative de l'air dans la serre fut donc déterminée indirectement par le programme à base des données thermiques, et la courbe de son évolution est présentée sur la figure V-III-4 (page 108).

III-5-2 Suivi et contrôle de paramètres d'un bioréacteur à l'IMVAVET

III-5-2-1 Principe du système de contrôle

Le Laboratoire de bactériologie de l'Institut Malgache des Vaccins Vétérinaires IMVAVET, l'unique producteur de vaccins vétérinaire à Madagascar, possède un vieux bioréacteur du type « IBT Göttingen Bioreactor » pour la culture de souches.

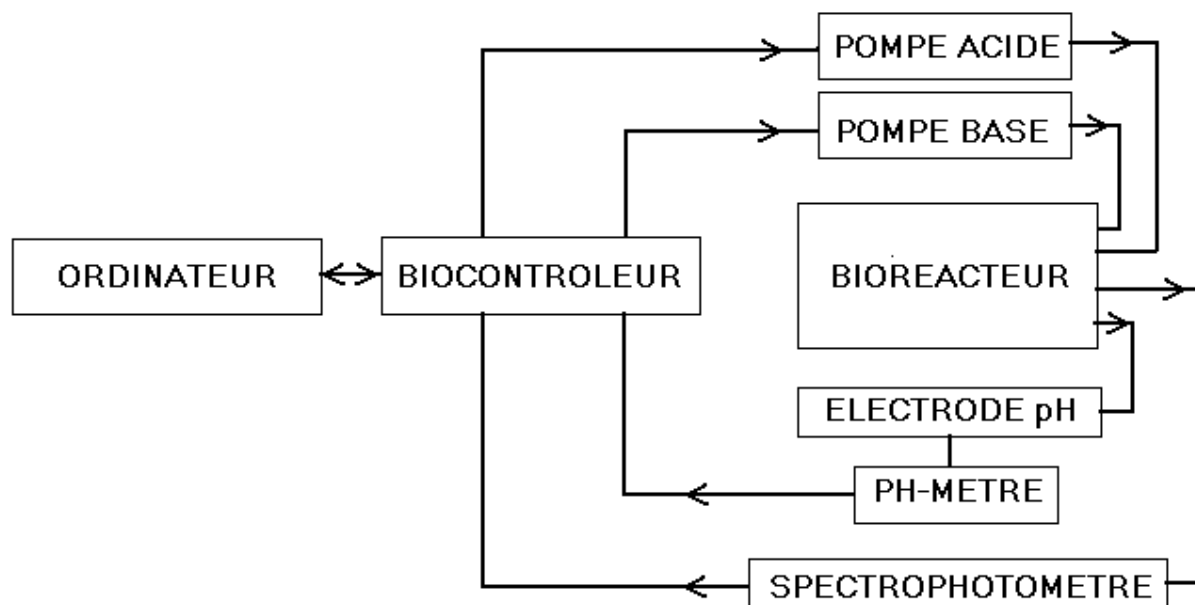
Pour produire du vaccin efficace il est impératif, durant la culture de souches de maladie, de maintenir le pH du milieu de culture dans un intervalle assez étroit de valeurs minimale et maximale. Le bioréacteur qui existait au Laboratoire de bactériologie de l'IMVAVET fut doté d'un régulateur thermique, mais il ne fut plus assisté ni d'un système de suivi de paramètres physico-chimique, ni d'un régulateur automatique de pH. Un technicien devait surveiller en permanence le pH et intervenir en cas de besoin. Il faisait déclencher le moteur actionnant tantôt la pompe doseuse de l'acide tantôt celle de la base, afin de stabiliser la valeur du pH autour d'une valeur optimale de croissance de la souche. Cette surveillance exige une attention permanente et accentuée du technicien pendant toute la durée de la production qui peut durer quelques jours sans interruption même la nuit.

La qualité du vaccin est en liaison étroite avec la stabilité du pH durant la culture. Le laboratoire a eu également besoin de mesurer la densité optique (DO) comme moyen de suivi de la croissance microbienne.

Vue la nécessité du suivi et contrôle de paramètres physico-chimiques du milieu de culture, nous avons procédé à l'étude, à la réalisation et à la mise en place de tous les éléments électroniques et informatiques nécessaires, pour la création d'un système automatique et informatisé de suivi et contrôle.

Puisque les appareils de mesures et accessoires comme le pH-mètre, le spectrophotomètre et les pompes doseuses existaient déjà au laboratoire, notre travail consistait à créer un « bio-contrôleur » : un système de contrôle automatique et informatisé du pH et un système de suivi de la densité optique (DO) du milieu de culture.

Voici le schéma de principe de ce système :



*Figure III-5 1: Structure du système de suivi et de contrôle de paramètres du bioréacteur **IBT Göttingen Bioreactor***

Une chaîne de mesure, à acquisitions informatisées de données à base du CAN à 8 voies mentionné au paragraphe III-2-2, fut installée, constituant la partie centrale du module « biocontrôleur » de la figure III-5-1. Cette chaîne de mesure assure le suivi de la croissance de microorganismes ainsi que l'acidité du milieu de culture, respectivement à travers les mesures effectuées sur la densité optique et sur le pH.

Un régulateur automatique de pH fut également intégré dans ce module. Ce régulateur fait actionner soit le moteur de la pompe à acide soit celui de la base afin de ramener le pH du milieu, à l'intérieur de l'intervalle jugé optimal pour la croissance de la souche microbienne. Ce régulateur remplace l'intervention manuelle du technicien.

Les valeurs minimale et maximale du pH sont à introduire au clavier au début de chaque nouvelle culture. Le suivi du pH s'effectue toutes les minutes en 24 heures sur 24. La lecture du pH s'effectue avec une précision au 1/10 d'unité de pH.

III-5-2-2 Tests et expérimentations

Comme d'habitude, l'étalonnage de la chaîne de mesure a dû être effectuée en premier lieu. Après cela le système d'acquisition de données (pH et DO) fut testé avec une souche quelconque, mais encore sans la régulation de pH. C'est à dire que les pompes furent débranchées mais les moteurs fonctionnaient. Les courbes d'évolution obtenues sont présentées sur figure V-III-5 (page 107).

Puis le système fut également essayé avec le régulateur de pH et sur deux souches différentes (figure V-III-6 page 108) et (figure V-III-7 page 109)

Après ces tests préliminaires la phase de production a commencé et une certaine anomalie au niveau de la chaîne de DO se fit observer. En réalité la valeur de DO indiquée par le spectrophotomètre manifestait une variation cumulée. La cause de cette anomalie fut le dépôt d'une couche de plus en plus opaque sur la paroi de la cuvette d'échantillonnage traversé par la lumière du spectrophotomètre. Ce fut un problème de la circulation permanente

du milieu liquide de culture à travers cette cuvette. Et à cause cela le suivi automatique de DO fut arrêté. La phase de production s'effectue jusqu'à présent avec le contrôle automatique du pH et sans le suivi de DO.

Les courbes obtenues par la suite furent des courbes de pH régulé, plus ou moins perturbées pour de raison quelconque, comme la panne de courant, problème de mal contact au niveau de circuit des appareils ou des pompes, problème mécanique de mise en masse commune de tous les appareils. Les courbes présentées au chapitre 5 des résultats sont celles de certaines souches de vaccins produits pendant les années 2001 à 2003, entre autres les souches suivantes dont les codes sont écrits en italique :

ba0204 dont la courbe de pH présente certaines perturbations par moment
ba0303c6 avec certaines perturbations vers la fin
ba0503S avec certaines perturbations dues certainement aux pannes de courant
ba0604s2 sans aucune perturbation
Ba13S4 avec perturbation vers la fin
BA1503S3 avec perturbation vers la fin
BA16C2 avec une légère perturbation au milieu, apparemment c'est tranquille
BA1703S4 avec de légères perturbations
BA1903S2 avec de légères perturbations au départ
BA22S5 avec de légères perturbations
BAE1403 sans aucune perturbation
BASP3 avec des perturbations

Il est à noter que les valeurs limites du pH ne sont pas présentées sur ces courbes, qui sont restituées après leur enregistrement. Ces valeurs limites de pH tolérables ne sont visualisées à l'écran (par des droites horizontales) que durant la phase de mesure. Elles ne sont pas mémorisées dans les fichiers de données.

Il est à noter également au passage que l'unité sur l'axe de temps est la minute. Par conséquent un jour de 24 heures équivaut à 1440 minutes.

Ce système automatique de suivi et contrôle de pH à fonctionnement continu élimine les risques, de perturbations et de contaminations éventuelles, liés aux techniques de prise d'échantillons. Une amélioration de la qualité de vaccins produits fut constatée après la mise en place de ce système.

IV - DISCUSSION

IV.I.1 Acquisition des caractéristiques de la diode:

Avec le montage d'acquisition de caractéristique de la diode (la figure I.2 2) une courbe constituée de 255 points ou 510 valeurs de coordonnées, sont lus et stockés sur disquette en moins de 3 secondes. Alors qu'une opération humaine de lecture sur appareil d'une seule valeur suivie de son enregistrement manuel sur papier dure presque autant. Et si en plus on tient compte de la lenteur due à la fatigue, à la vérification presque systématique et à une correction éventuelle, il faut encore multiplier ce temps au moins par 3 ou 4.

A part la rapidité de l'acquisition de données, l'informatisation offre plus d'objectivité sur les valeurs enregistrées de données.

La précision sur la valeur mesurée dépend de la résolution de la numérisation de l'interface et du montage adopté pour la mesure.

Toutefois il est à noter qu'au cours de ces lectures informatisées, une certaine fluctuation des valeurs mesurées s'observe autour d'une valeur moyenne. Cette fluctuation est d'ordre physique. C'est un bruit qui s'élimine difficilement, voire inévitable. En général, pour améliorer la sécurité de l'information nous essayons d'élever le rapport signal/bruit. Mais ce n'est pas toujours facile car le bruit s'amplifie avec le signal et le bruit provient parfois de l'amplificateur lui-même.

IV.I.2 La résolution de mesure de u_D du montage (figure I.2 2) avec et sans amplification:

La résolution de mesure (voir annexe I.1) sur la tension réelle u_D aux bornes de la diode, est fonction de la tension amplifiée u'_2 . Evaluons la résolution à travers l'incertitude de mesure par unité de code, c'est à dire le saut de valeur analogique par unité de code numérique. Quelque soit le cas, la tension u'_2 fut toujours lue à une résolution de conversion constante $L=9.65\text{mV}$ du CAN de l'interface. Dans le cas général, en représentant par N_2 le code enregistré de la tension de diode u_D , la résolution r de sa mesure fut égale à

$$r = \frac{u_{D_MAX}}{N_{2_MAX}} \quad (\text{IV.I.2 1})$$

Or la résolution de conversion de u'_2 fut toujours égale à L , et on a :

$$L = \frac{u'_{2_MAX}}{N_{2_MAX}} = \frac{k_2 \cdot u_{D_MAX}}{N_{2_MAX}} = k_2 \frac{u_{D_MAX}}{N_{2_MAX}} = k_2 \cdot r \quad (\text{IV.I.2 2})$$

Ce qui nous donne une expression de la résolution de mesure de u_D :

$$r = \frac{L}{k_2} \quad (\text{IV.I.2 3})$$

1°- Sans amplification, le gain $k_2 = 1$ et la résolution reste égale à $r=L=9.65\text{mV/unité}$.

2°- Avec amplification, le gain $k_2 = 3$ et la résolution s'améliore : $r=3.22\text{mV/unité}$

IV.I.3 Réglage et mises au point du montage d'acquisition (figure I.2 2)

IV.I.3.1 Résistance R'

Le réglage de R' a dû s'effectuer à basse température (19°C ou 20°C) pour que la tension maximale de 600mV aux bornes de la diode ne fut pas dépassée au cours des mesures des caractéristiques du capteur.

En effet, la conductance de la diode augmente avec sa température. Sa résistance r_D qui est l'inverse de la conductance varie donc en sens contraire. Et la tension aux bornes de la diode est de la forme

$$u_D = u_0 \cdot \frac{r_D}{R' + r_D} \quad (\text{IV.I.3.1 1})$$

Puisque $u_0 = u_1$ pour le montage suiveur, et parce que nous avons négligé le courant de dérivation à travers les entrées du 2° amplificateur qui est un amplificateur opérationnel. Cette formule montre alors que u_D est une fonction croissante de r_D , c'est à dire une fonction décroissante de la température. Ce pré-réglage à basse température assure la protection de la diode en cas d'augmentation de la température.

IV.I.3.2 Potentiomètre R_1

La tension u_1 maximale imposée par le CNA atteint la valeur de 7,14V, correspondant au code $U_0 = 255$. S'il n'y avait pas de potentiomètre R_1 , la tension u'_1 lue par le CAN serait égale à u_1 . Or la tension admissible par le CAN se limite à 2,46V. La présence du potentiomètre (pont diviseur de tension) fut nécessaire pour ne pas limiter la tension u_1 à la tension maximale de 2,46V admissible du CAN, Ce potentiomètre a servi d'adaptateur entre la sortie du CNA et l'entrée du CAN. Il a permis de garder la tension maximale de 2.38V (Tableau I.3 2) à la sortie du pont et une tension de 7.14V à l'entrée de ce pont.

Mais tout compte fait, nous n'avons pas du tout besoin de CAN pour la mesure de u'_1 , car le programme connaît u_1 qui est égale à u_N dont le code U_N est imposé au CNA. Puisque nous n'avons plus de CAN, le potentiomètre R_1 n'est plus nécessaire.

IV.I.4 Analyse du régime du thermomètre

IV.I.4.1 Analyse à partir des caractéristiques du capteur

En observant les courbes des caractéristiques de la diode, figure V.I 3, nous constatons que le capteur n'est sensible qu'au delà de la valeur de tension de régime $u_0 = 242.8\text{mV}$.

En dessous de cette valeur, son courant est négligeable et presque le même pour toute valeur de la température. Ce qui signifie qu'à basse tension de régime, le capteur ne réagit pas quelque soit sa température, sa sensibilité est quasi nulle.

Nous observons le même effet quand la tension de régime et la résistance R du thermomètre sont assez élevées, par exemple à $u_0 = 424.8\text{mV}$ et à $R = 100\text{k}\Omega$ (voir figure V.1.7). A cette tension, la courbe supérieure (à 70°C) indique un courant de diode aux environs de $352\mu\text{A}$ (voir figure V.1 3). Le thermomètre atteint la tension de saturation, dont la valeur mesurée fut 11,65V, avec une tension aux bornes de la résistance $u_R = 11\text{V}$. Ce qui donne une résistance $R = 11\text{V}/352\mu\text{A} = 31,25\text{k}\Omega$. Par contre pour cette même tension u_0 et à 19°C , le courant indiqué est aux environs de $117.3\mu\text{A}$ soit une résistance de saturation de $94\text{k}\Omega$. C'est pourquoi, à une tension de 424.8mV , avec une résistance $R = 100\text{k}\Omega$, tout le système ne répond non plus, car la résistance de $100\text{k}\Omega$ est saturante quelle que soit la température, la tension de sortie du thermomètre reste constante est égale à 11.65V. Sa sensibilité dans ce cas reste également nulle.

Tout ceci montre l'importance du rôle joué par la tension de régime u_0 . Le montage du thermomètre doit être muni d'un système d'ajustage fin pour cette tension de régime, afin d'éviter toute mauvaise surprise lors de l'exploitation du thermomètre. Une légère déviation de la valeur de cette tension peut bloquer totalement le thermomètre à une tension fixe.

IV.I.4.2 Interprétations des courbes expérimentales du thermomètre :

Observons les courbes des données expérimentales enregistrées du thermomètre, qui sont représentées à la figure V.I 7 ou V.I 9. Nous constatons encore une fois le rôle important joué par la tension u_0 qui fixe le régime du thermomètre.

Pour la valeur donnée de R égale à $100\text{k}\Omega$ (figure V.I 7 page 76), au régime normal prévu à la tension u_0 égale à 345mV , nous n'observons pas de saturation du thermomètre quelle que soit la température comprise entre 27°C et 70°C . La tension maximale de sortie du thermomètre est égale à la tension de saturation : 11.65V (à 70°C) et la tension minimale est environ égale à 2.4V (à 27°C). Ce qui nous donne une sensibilité globale de $215\text{mV}/^\circ\text{C}$.

Partant du régime normal de 345mV , toute augmentation de la tension u_0 provoque la saturation de la tension de sortie du thermomètre. Par exemple à $u_0 = 383\text{mV}$ environ, valeur indiquée par le deuxième trait vertical de la figure V.I 7, le thermomètre fut expérimentalement saturé à plus de 50°C pour $R = 100\text{k}\Omega$. Et une augmentation de la tension u_0 de 90mV environ du régime normal de 345mV amène le thermomètre à une saturation complète, indépendamment de la température. Si par contre nous diminuons la tension u_0 à 210mV (valeur à l'origine de l'axe des x en figure V.I 7), alors nous nous trouvons à un régime de très faible sensibilité globale de moins de 24mV par degré (inférieure à $1.2\text{V}/50^\circ\text{C}$), soit inférieure au dixième de celle du régime normal. Si nous continuons encore à diminuer la tension de régime, nous risquons de bloquer complètement le thermomètre.

La résistance R et la tension u_0 doivent être bien conjuguées pour obtenir un régime normal de fonctionnement. La résistance de $100\text{k}\Omega$ exige une tension u_0 de 345mV pour avoir un régime normal, c'est à dire obtention de la saturation seulement à la température maximale de 70°C du capteur.

Les valeurs de u_0 et de R obtenues à la fin du paragraphe I.3.4.2 , à base des courbes de sensibilité et de résistance saturante à 70°C , sont confirmées par les valeurs expérimentales de régime $u_s = f_T(u_0)$ de la figure V.I 7 et d'étalonnage $u_s = F_{u_0}(T)$ du thermomètre en figure V.I 8.

Nous observons également un résultat similaire avec $R=160\text{k}\Omega$ saturante à 70°C (figures V.I 9 et V.I 10), où nous constatons une tension de régime normal de 308mV environ (au lieu de 345mV pour $R = 100\text{k}\Omega$). Les courbes représentant u_s en fonction de u_0 prennent pratiquement la même allure générale qu'en figure V.I 7, mais avec un déplacement vers une diminution de la tension de régime u_0 .

Les deux régimes normaux, correspondant aux deux valeurs de R , diffèrent par leur comportement dans le domaine de basse température. Si nous reconsidérons la famille des caractéristiques représentant le courant du capteur $i_D = f_T(U_D)$ (figure V.I 3), nous constatons que les courbes sont plus espacées à 345mV qu'à 308mV .

Ce qui signifie qu'en régime de basse tension u_0 le rapport signal/bruit du capteur devient négligeable. Le niveau du bruit est une propriété intrinsèque du capteur donc non contrôlable par le circuit du thermomètre. Si ce bruit se manifeste d'une façon appréciable alors il peut couvrir complètement le signal utile lié à la variation de température. Par conséquent la diminution de la tension u_0 peut nous exposer à un risque de confusion sur le résultat de mesure de la température. Pour un même niveau de bruit de fond, le rapport signal/bruit est plus élevé à 345mV qu'à 308mV . Le fonctionnement en régime normal du thermomètre, est plus fiable du point de vue de l'information avec une résistance de $100\text{k}\Omega$ qu'avec $160\text{k}\Omega$.

Toutefois, il est à noter qu'une basse tension u_0 offre une marge de sécurité plus large pour l'amplificateur opérationnel. Et la recherche du compromis est fonction de la situation concrète, à laquelle est soumis le dispositif du thermomètre. Nous devons tenir compte de l'intervalle de température à détecter, du niveau de bruit offert par le système, du

comportement thermique du capteur, du régime de fonctionnement du comparateur qui sert de charge pour le thermomètre...

IV.I.5 Régulation de température

IV.I.5.1 Comportement expérimental du régulateur

Une amplitude élevée de l'oscillation de la température autour de sa valeur moyenne n'est pas acceptable.

Nous avons constaté l'influence de la position du capteur sur l'amplitude de l'oscillation thermique.

La cause de cette oscillation est le temps de retard de la température du capteur sur celle de la résistance source de chaleur. Plus le capteur est éloigné de la résistance chauffante, plus l'amplitude de l'oscillation thermique est élevée.

IV.I.5.2 Régulateur assisté

Le régulateur étudié dans le présent travail est un régulateur à température de consigne fixe, sans variation au cours d'un procédé biotechnologique donné.

Dans le cas d'un régulateur habituel, la température de consigne se fixe à une valeur bien déterminée, par conséquent la tension de régime $u_D = u_0$ du capteur doit rester également fixe. Ceci peut se réaliser par un circuit électronique comme un potentiomètre.

Mais il existe des cas où la température de consigne elle-même doit varier au cours de l'évolution du système à contrôler, selon une loi de variation préétablie. Nous pouvons imaginer différentes manières de faire varier la température de consigne, soit manuellement, soit automatiquement par l'intermédiaire de l'ordinateur.

Pour une variation automatique, nous pouvons imaginer deux méthodes différentes :

- faire varier la température de consigne, en variant la tension u_C correspondante, appliquée à l'entrée du comparateur. Dans ce cas l'étude est plus facile car la courbe d'étalonnage est unique: T réglée est fonction de u_C , et cette courbe ne dépend de u_0 qui est fixe.
- procéder paradoxalement en maintenant fixe la tension u_C et en variant la tension de régime u_0 . Nous faisons déplacer ainsi corrélativement la valeur de la température réglée. En effet pour ce type d'assistance la courbe d'étalonnage se modifie avec u_0 , mais la tension de consigne u_C est fixée. Pour le même courant du capteur, donc la même tension de sortie du thermomètre u_S , la température réglée (la température de consigne du régulateur définie par $u_C = u_S$) diminue quand u_0 augmente. Cela se voit bien sur figure V.1 8 (page 77) si nous y traçons une droite horizontale représentant u_C fixée. Sur cette droite la température varie dans le sens inverse de u_0 .

Ainsi pour le cas d'un régulateur assisté, la tension variable u_C ou bien u_0 , peut être imposée par un programme à travers un CNA.

IV.II.1 Influence du potentiel de démarrage U_0

Puisque le potentiel réel d'équilibre est à priori inconnu, alors un potentiel hypothétique de démarrage différent de ce potentiel réel déséquilibre le système et provoque en principe un changement du potentiel d'équilibre : du potentiel réel inconnu U_S vers un autre nouveau potentiel d'équilibre U^*_S . Si U^*_S est supérieur à U_S alors une réaction d'oxydation de la solution s'est effectuée, sinon c'est la réduction.

(Voir figures V-II-3 , V-II-4, V-II-5, pages 81 à 84)

IV.II.2 Influence des ions sur l'amplitude des courants d'oxydoréduction

Pour les mêmes tensions U_0 de démarrage, l'amplitude du courant d'oxydation ou de réduction dépend de la concentration en ions dans la solution. La solution de sel est plus riche en ions que l'eau non fraîche qui, à son tour est plus riche que l'eau fraîche du robinet (Voir figures V-II-3 , V-II-4, V-II-5, pages 81 à 84)

IV.II.3 Influence de la durée de la sonde en mode escalier

En mode escalier, les effets des sondes successives s'accumulent. Cette accumulation est d'autant plus forte que la durée de chaque sonde est plus élevée. Ce phénomène est mis en exergue par les courbes des figures V-II-10 et V-II-11 (pages 89 et 90) où la réaction électrochimique est plus accentuée. Mais il n'est pas appréciable pour l'eau fraîche, c'est le cas de la figure V-II-9, où la solution est moins sensible à une réaction d'oxydoréduction.

IV.II.4 Influence de la fermentation sur l'eau sucrée

La figure V-II-13 de la page 92 montre bien la différence entre les courbes des réactions pour une eau sucrée fermentée et une eau sucrée non fermentée. La fermentation fait augmenter la conductivité, l'intensité du courant de réaction et fait diminuer le potentiel d'équilibre de la solution.

Après 3 jours de fermentation , le comportement d'oxydoréduction présente une certaine dissymétrie : la réduction est plus acceptée que l'oxydation.

IV.II.5 Effet de la durée de la sonde en mode escalier sur l'eau sucrée fermentée

En apparence une durée plus courte provoque une intensité plus élevée de courant. Ce qui peut s'interpréter comme une insuffisance de temps de réaction pour pouvoir épuiser les éléments actifs de la réaction. Pour une durée assez élevée, les éléments s'épuisent et leurs concentrations diminuent notablement, ce qui font diminuer l'intensité du courant. (Figure V-II-15 de la page 94)

IV.II.6 La courbe d'hystérésis obtenue en mode escalier

Presque toutes les courbes obtenues en mode escalier, Figures de V-II-10 à V-II-12 (pages 89 à 91) puis de V-II-14 à V-II-16 (pages 93 à 95) montrent ce phénomène d'hystérésis. Ainsi les points d'intersection de la courbe de courant avec l'axe des tensions ne sont pas les mêmes en balayage ascendant et en balayage descendant. Ce qui est tout à fait normal car les réactions d'oxydation (cas ascendant) et de réduction (cas descendant) font déplacer le potentiel d'équilibre soit vers le haut (après oxydation) soit vers le bas (après réduction). Puisque le potentiel d'équilibre est représenté par le point d'intersection, alors la courbe de l'allée ne peut pas coïncider avec celle du retour.

IV.II.7 La courbe obtenue en mode escalier et l'enveloppe du « portrait » en mode impulsion

Les figures V-II-17, V-II-18 et V-II-23 (pages 96, 97 et 102) nous montrent que dans un intervalle bien limité, cas idéal, sans risque de modification appréciable de la composition chimique du milieu, les pics de courant en mode impulsion suivent bien la courbe obtenue en mode escalier. Dans ce cas idéal, la courbe en mode escalier sert d'enveloppe au portrait obtenu en mode impulsion.

IV-8 Effet de l'avancement de la fermentation sur l'évolution du « portrait » en mode impulsion

A la figure V-II-20 (page 99) les deux comportements d'un même milieu, correspondant à des durées de fermentations différentes sont superposées. Au début de la fermentation le comportement présente une dissymétrie assez accentuée : la réduction domine sur l'oxydation. Cette dissymétrie s'estompe au cours de l'avancement de la fermentation pour une même impulsion de caractéristique 5ms/10ms (taux cyclique de l'impulsion :1/3). Par contre cette dissymétrie persiste même après 3 jours de fermentation si l'impulsion est du type 20ms/50ms (figure V-II-21 page 100).

IV.II.9 Effet de l'agitation sur la vitesse de la réaction

La figure V-II-24 met en évidence la diminution du courant de réaction sous agitation mécanique de la solution. Cette diminution peut être interprétée comme une insuffisance d'éléments électroactifs aux environs de l'électrode, insuffisance due à une perturbation au transfert de ces éléments vers l'électrode. L'agitation rend difficile leur déplacement vers l'électrode.

Nos analyses sont plutôt orientées sur les effets des paramètres des sondes et modes de balayages de tension d'électrode. Pourtant les résultats obtenus offrent beaucoup plus d'informations qui peuvent intéresser des spécialistes d'autres disciplines telles que la chimie et surtout la biologie.

Chapitre IV: RESULTATS

**Tableau V.I 1 : CARACTERISTIQUE
ENREGISTREE DE LA DIODE**

à 19°C

U_D	15	28	40	51	62	74	86	98	108	117	128	135	140	145	148	150	152
I_D	11	11	11	12	12	12	14	15	18	19	20	21	26	27	27	29	31
U_D	156	158	160	163	165	166	167	169	170	171	173	175	175	176	178	178	179
I_D	36	39	39	41	43	52	52	54	57	59	59	65	68	70	70	73	79
U_D	181	181	183	183	184	186	186	187	187	188	189	189	190	191	192	193	193
I_D	79	84	84	86	93	95	95	101	101	106	106	109	112	115	118	120	123
U_D	194	194	195	195	196	196	197	197	198	199	200	200	201	201	201	202	202
I_D	126	129	132	137	137	143	143	143	149	151	152	157	163	163	166	166	172
U_D	203	203	204	205	205	206	206	206	207	208	208	208	209	209	209	210	211
I_D	174	175	175	180	186	189	192	192	198	198	200	206	209	209	212	215	218
U_D	211	212	212	212	212	213	213	213	214	214	214	215	215	216	216	217	217
I_D	221	224	230	232	235	235	235	241	244	244	246	253	256	258	258	264	267
U_D	218	218	218	219	219	219	219	219	220	220	221	221	221	222	222	222	223
I_D	267	270	276	279	279	282	284	290	290	293	296	302	302	305	305	314	317
U_D	223	223	224	224	224	225	226	226	226	226	226	226	226	227	227	227	228
I_D	317	320	322	325	325	334	334	337	340	343	343	349	349	355	358	358	360
U_D	228	228	228	229	229	229	230	230	231	231	231	231	231	231	232	232	233
I_D	363	366	369	375	375	378	381	384	384	390	396	396	396	402	404	404	410
U_D	233	233	233	234	234	234	234	234	235	235	236	236	236	236	236	236	236
I_D	416	416	419	422	425	428	431	431	437	440	440	442	446	448	454	454	454
U_D	237	237	237	238	238	238	239	239	239	239	239	239	240	240	240	240	241
I_D	460	463	466	469	472	475	478	478	481	490	490	490	495	498	498	501	504
U_D	241	241	241	242	242	242	242	242	243	243	243	243	243	243	244	244	244
I_D	510	510	513	516	522	522	528	528	534	534	537	537	539	543	549	551	554
U_D	244	245	245	245	245	245	245	245	245	246	246	246	246	246	247	248	248
I_D	557	557	560	560	569	572	575	575	578	581	587	587	590	596	596	599	604
U_D	248	248	248	248	248	248	248	248	249	249	249	249	249	249	250	250	250
I_D	608	610	610	613	616	619	619	625	628	628	631	634	637	643	646	646	652
U_D	250	250	251	251	251	251	251	251	251	252	252	252	252	252	252	253	
I_D	655	655	658	664	664	664	667	670	676	676	681	684	684	690	693	696	

Tableau V.I 2 :
CARACTERISTIQUE STANDARD
DE LA DIODE
à 19°C

U_D	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16
I_D	11	11	11	11	11	11	11	11	11	11	11	11	11	11	11	11	11
U_D	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33
I_D	11	11	11	11	11	11	11	11	11	11	11	11	11	11	11	11	11
U_D	34	35	36	37	38	39	40	41	42	43	44	45	46	47	48	49	50
I_D	11	11	11	11	11	11	11	11	11	11	11	11	11	11	11	11	11
U_D	51	52	53	54	55	56	57	58	59	60	61	62	63	64	65	66	67
I_D	12	12	12	12	12	12	12	12	12	12	12	12	12	12	12	12	12
U_D	68	69	70	71	72	73	74	75	76	77	78	79	80	81	82	83	84
I_D	12	12	12	12	12	12	12	12	12	12	12	12	13	13	13	13	13
U_D	85	86	87	88	89	90	91	92	93	94	95	96	97	98	99	100	101
I_D	13	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	15	15	15	15
U_D	102	103	104	105	106	107	108	109	110	111	112	113	114	115	116	117	118
I_D	16	16	16	17	17	17	18	18	18	18	18	18	18	18	18	19	19
U_D	119	120	121	122	123	124	125	126	127	128	129	130	131	132	133	134	135
I_D	19	19	19	19	19	19	19	19	19	20	20	20	20	20	20	20	21
U_D	136	137	138	139	140	141	142	143	144	145	146	147	148	149	150	151	152
I_D	22	23	24	25	26	26	26	26	26	27	27	27	27	28	29	30	31
U_D	153	154	155	156	157	158	159	160	161	162	163	164	165	166	167	168	169
I_D	32	33	34	36	37	39	39	39	39	40	41	42	43	52	52	53	54
U_D	170	171	172	173	174	175	176	177	178	179	180	181	182	183	184	185	186
I_D	57	59	59	59	62	65	70	70	70	79	79	79	84	84	93	94	95
U_D	187	188	189	190	191	192	193	194	195	196	197	198	199	200	201	202	203
I_D	101	106	106	112	115	118	120	126	132	137	143	149	151	152	163	166	174
U_D	204	205	206	207	208	209	210	211	212	213	214	215	216	217	218	219	220
I_D	175	180	189	198	198	209	215	218	224	235	244	253	258	264	267	279	290
U_D	221	222	223	224	225	226	227	228	229	230	231	232	233	234	235	236	237
I_D	296	305	317	322	334	334	355	360	375	381	384	404	410	422	437	440	460
U_D	238	239	240	241	242	243	244	245	246	247	248	249	250	251	252	253	
I_D	469	478	495	504	516	534	549	557	581	596	599	628	646	658	676	696	

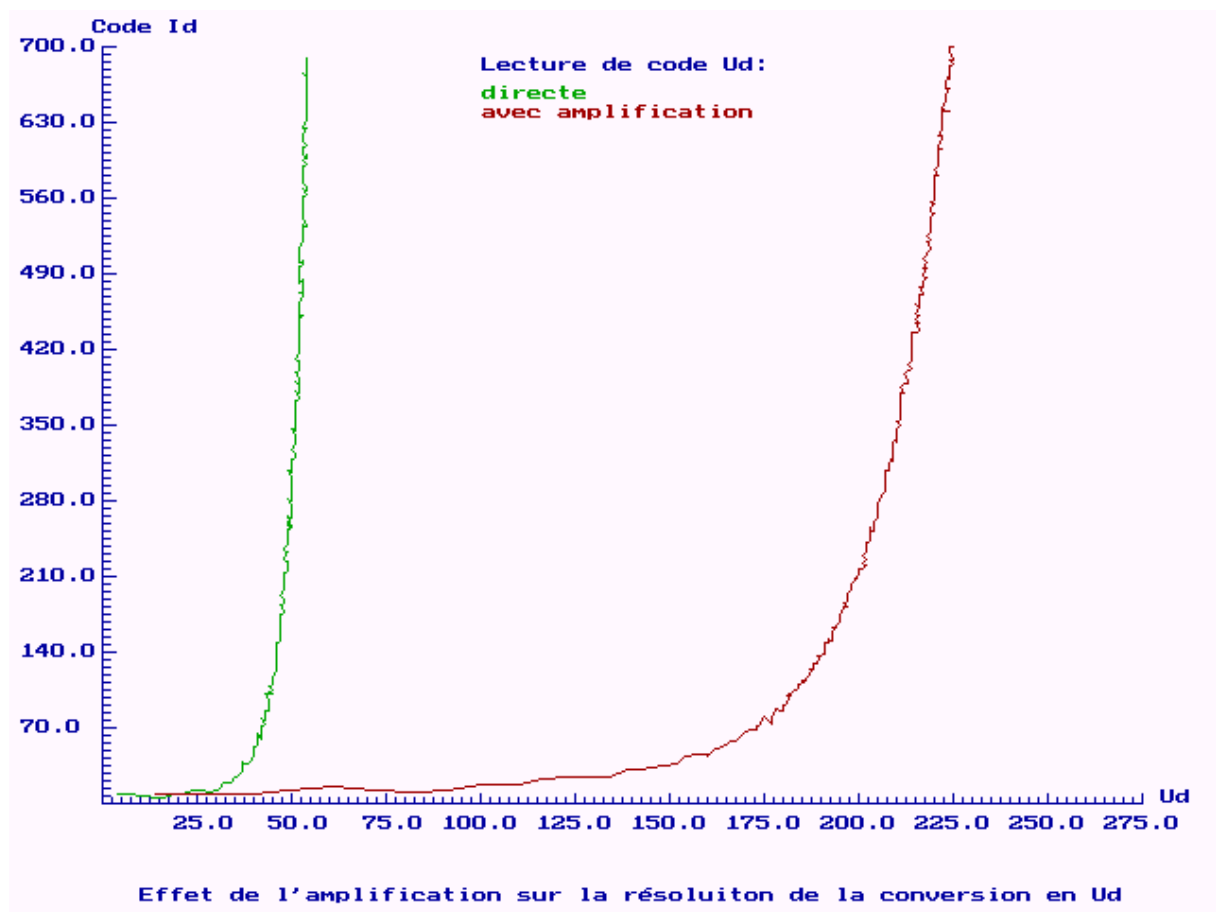


Figure V.I 1 Courbes de caractéristique de 2N2222 avec et sans amplification

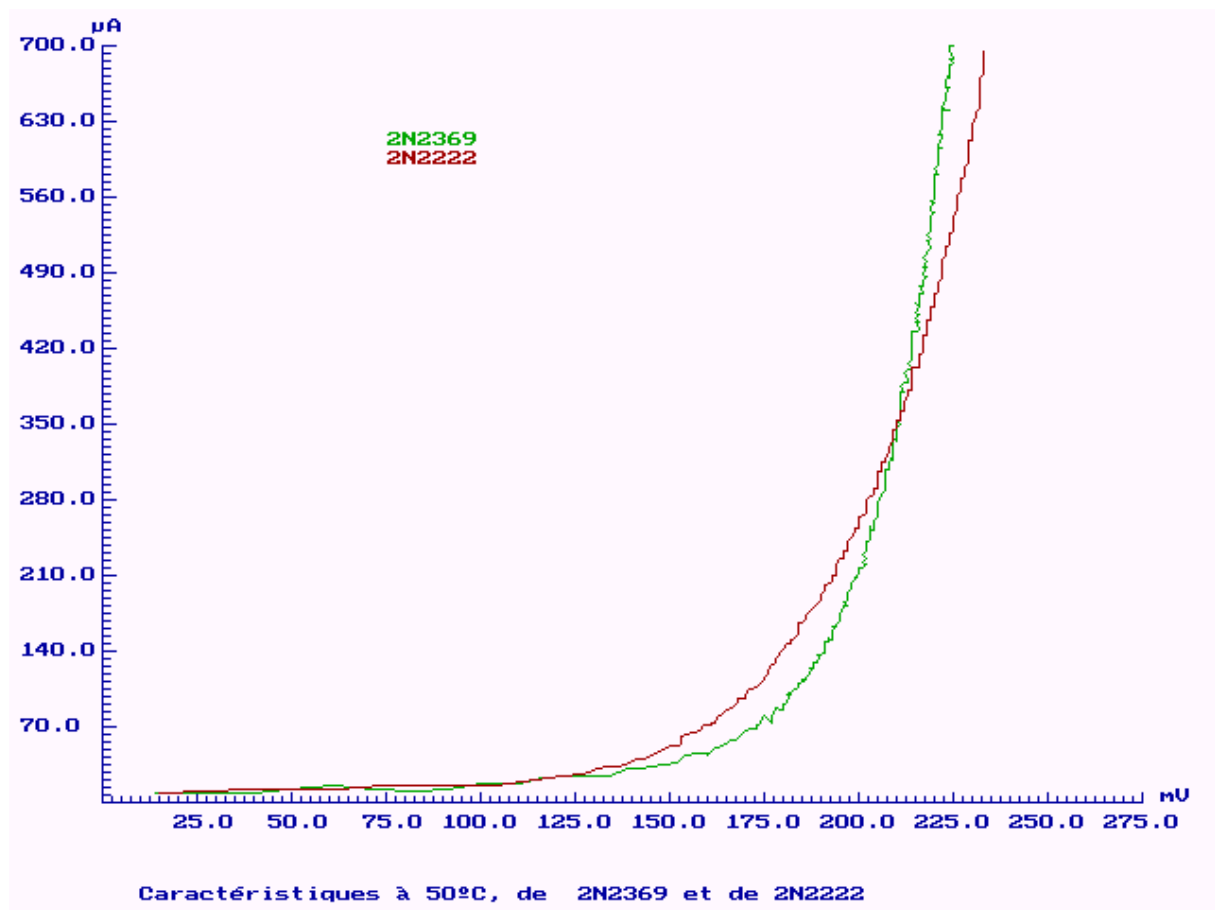
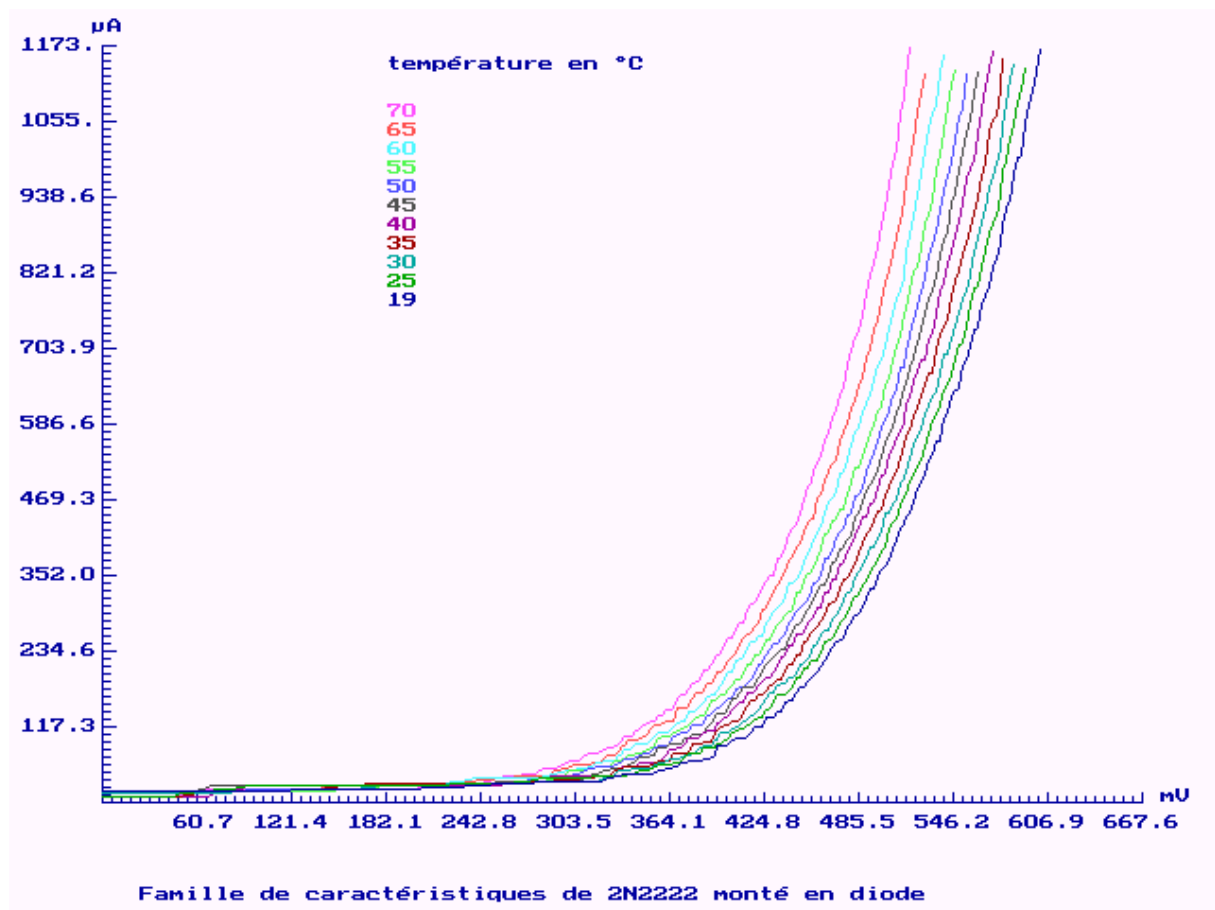


Figure V.I.2 Caractéristiques de deux diodes à 50°C



*Figure V.I 3 Courbes expérimentales des caractéristiques de 2N2222
pour T de 19°C à 70°C*

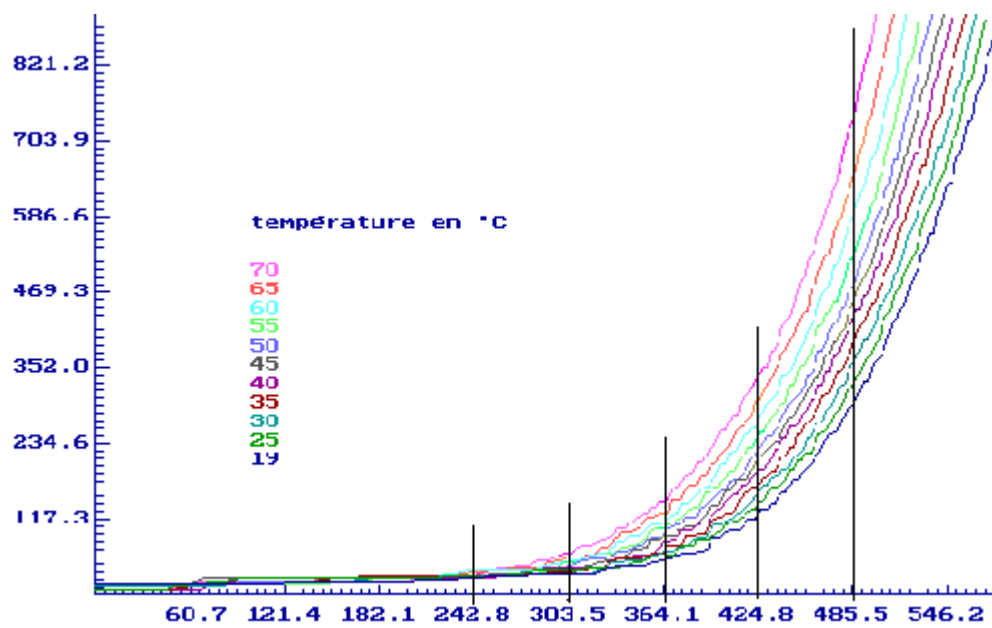


Figure V.I 4: Sensibilité moyenne du capteur dépendant de u_0

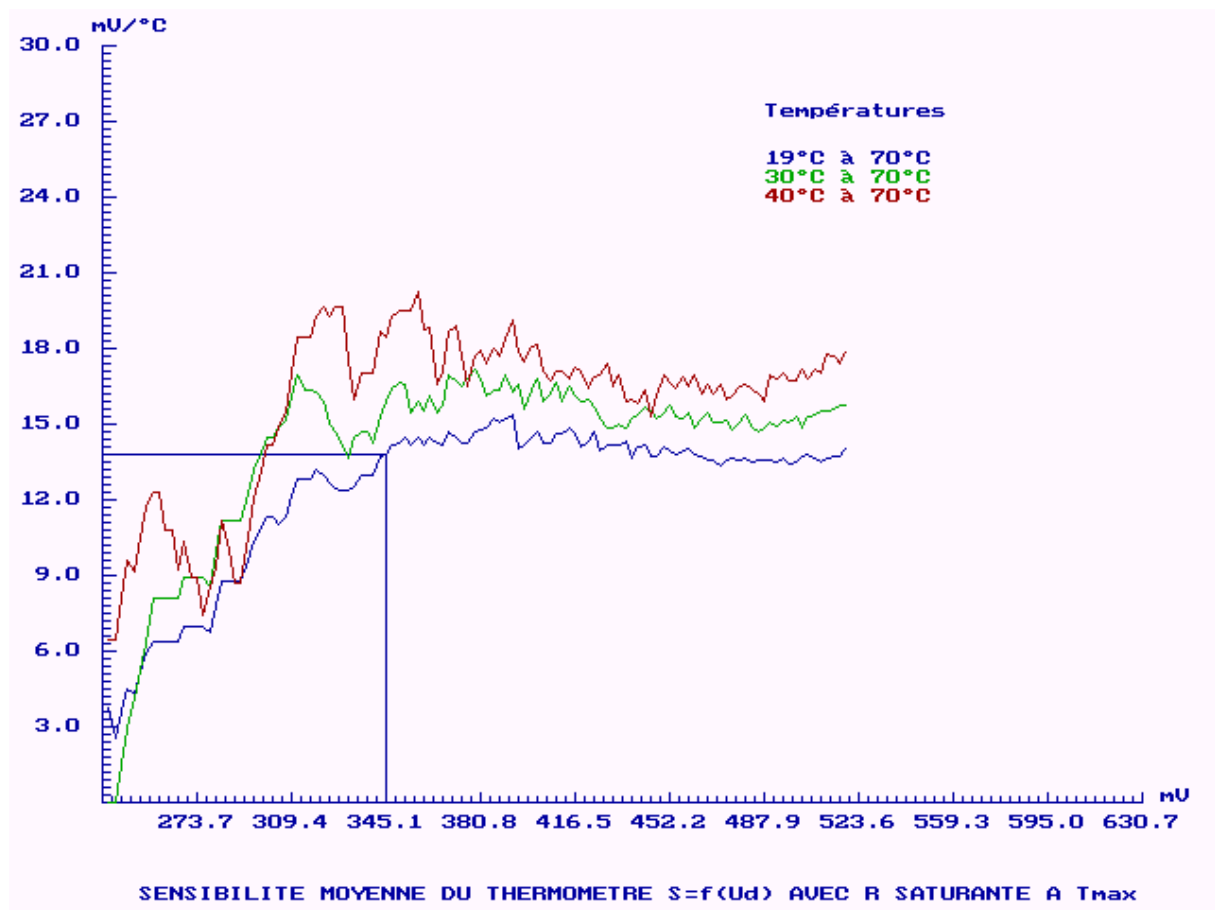


Figure V.I 5 Courbes de sensibilité du thermomètre en fonction de u_0

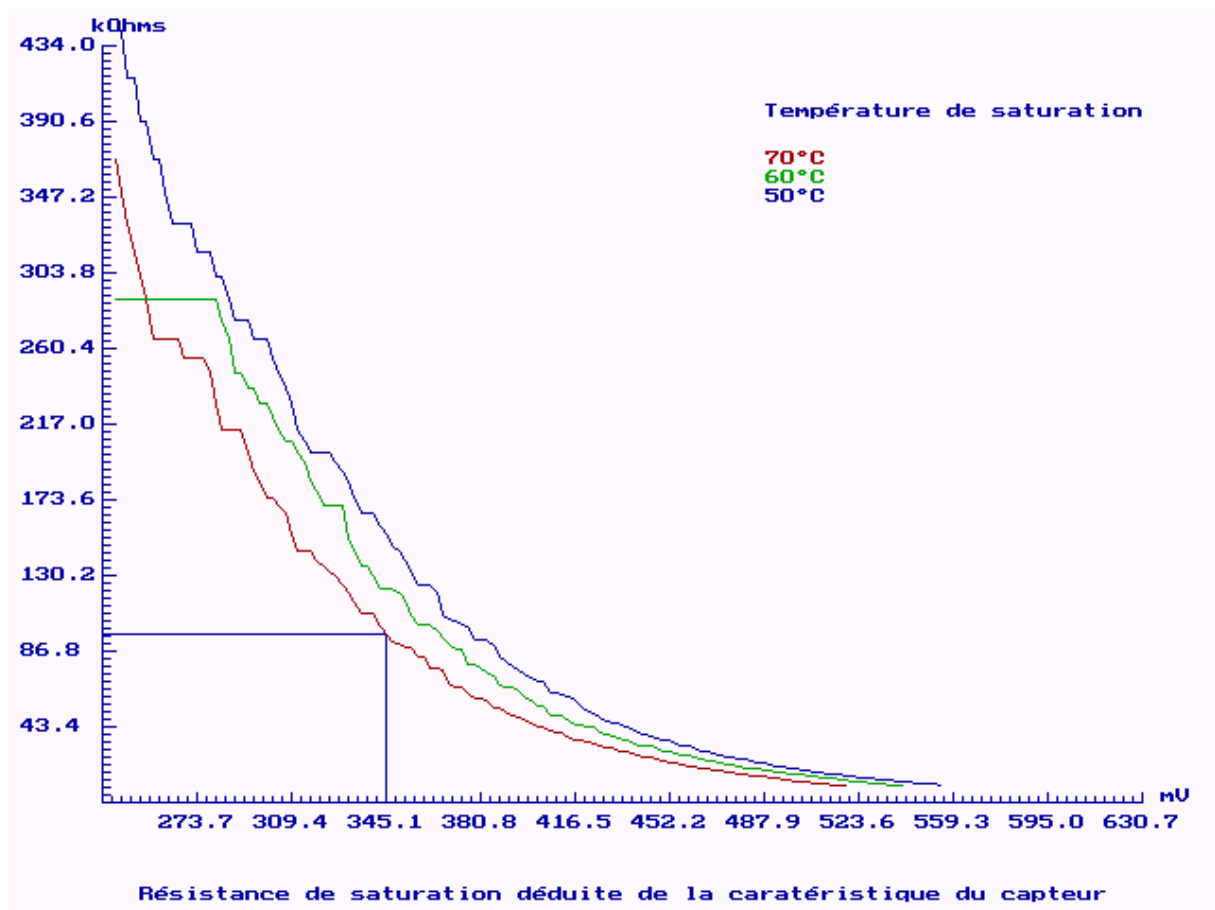


Figure V.I 6 Résistance de saturation du thermomètre à T_{max} en fonction de u_0

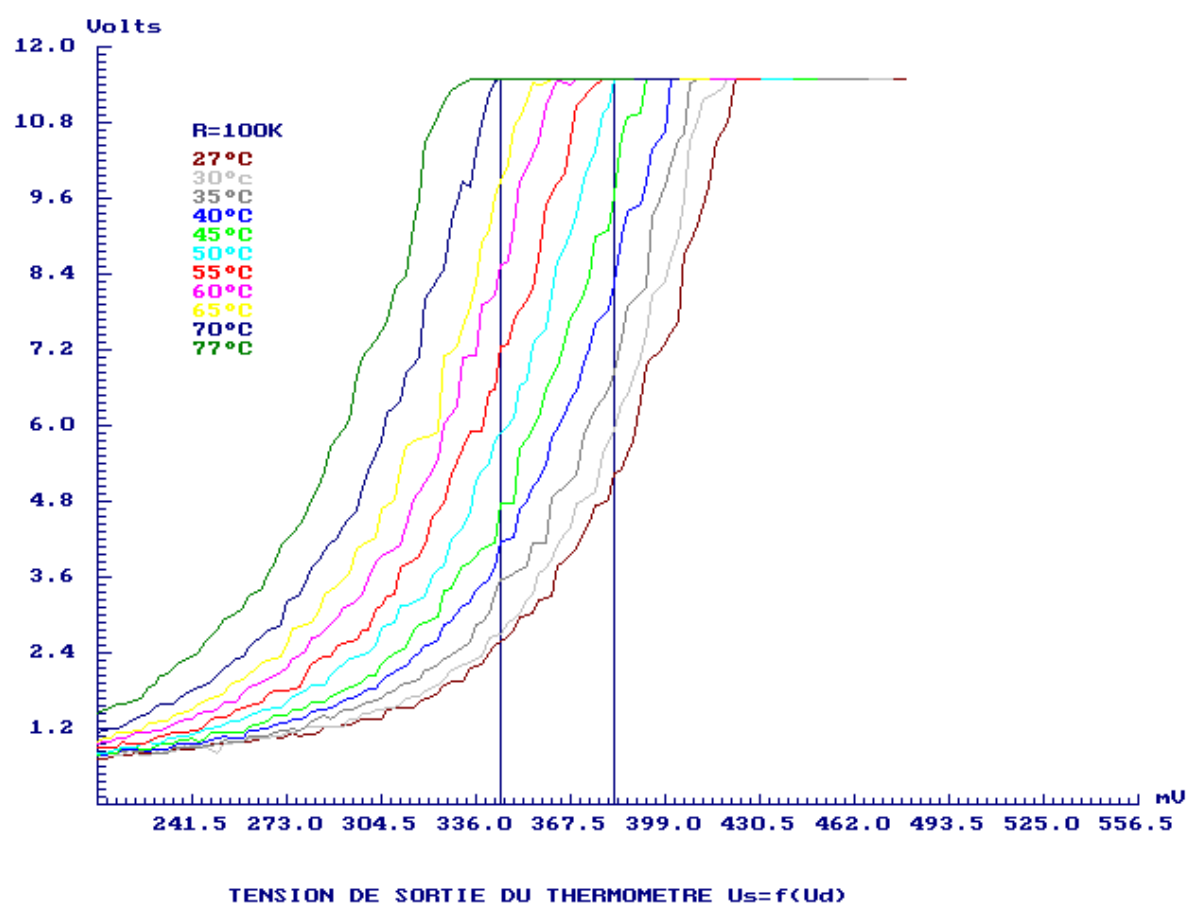


Figure V.I 7 Courbes expérimentales de la tension de sortie du thermomètre
 $u_s=f_T(u_D)$ pour $R = 100K\Omega$

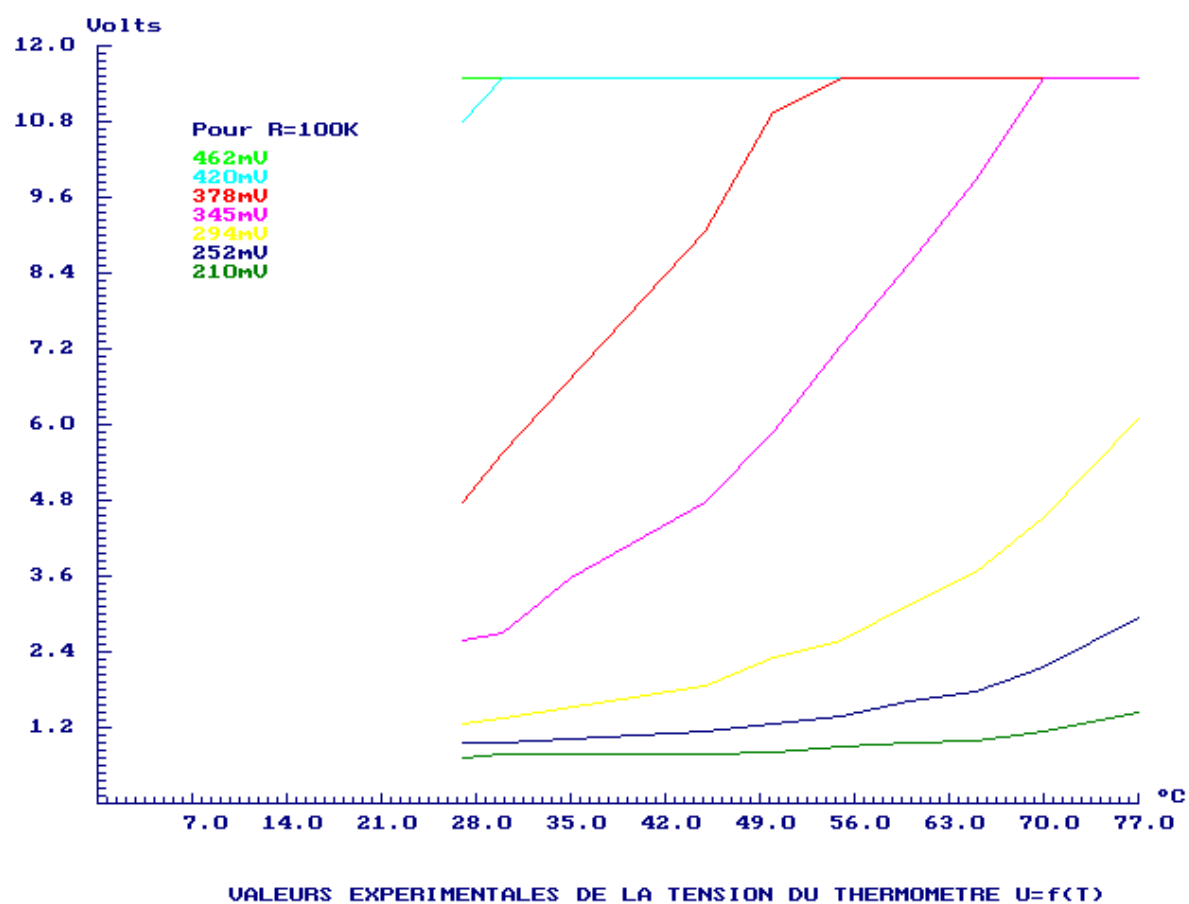
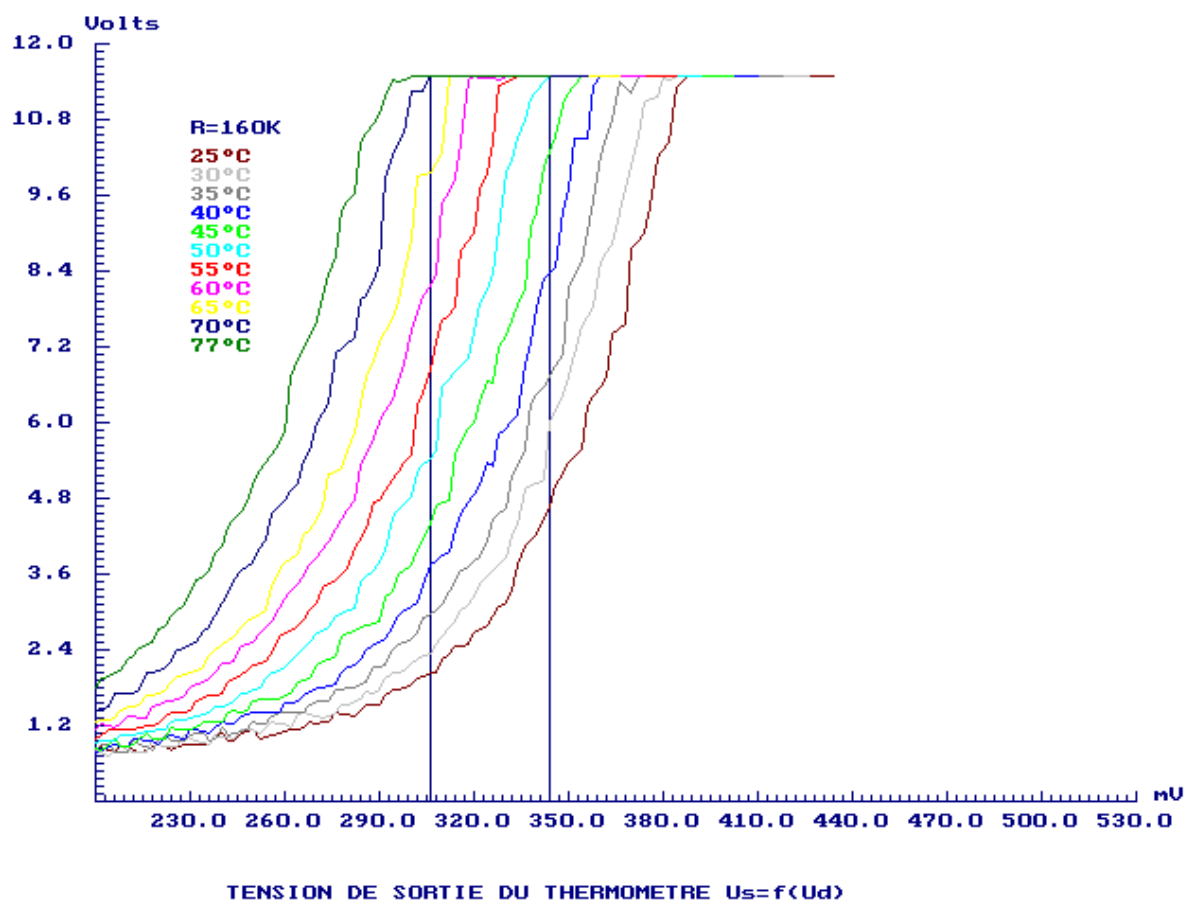


Figure V.I 8 Courbes d'étalonnage de synthèse extraites des données expérimentales
 $u_s = f(u_D(T))$ pour $R = 100K\Omega$



*Figure V.19 Courbes expérimentales de la tension de sortie du thermomètre
 $u_s = f_T(u_D)$ pour $R = 160K\Omega$*

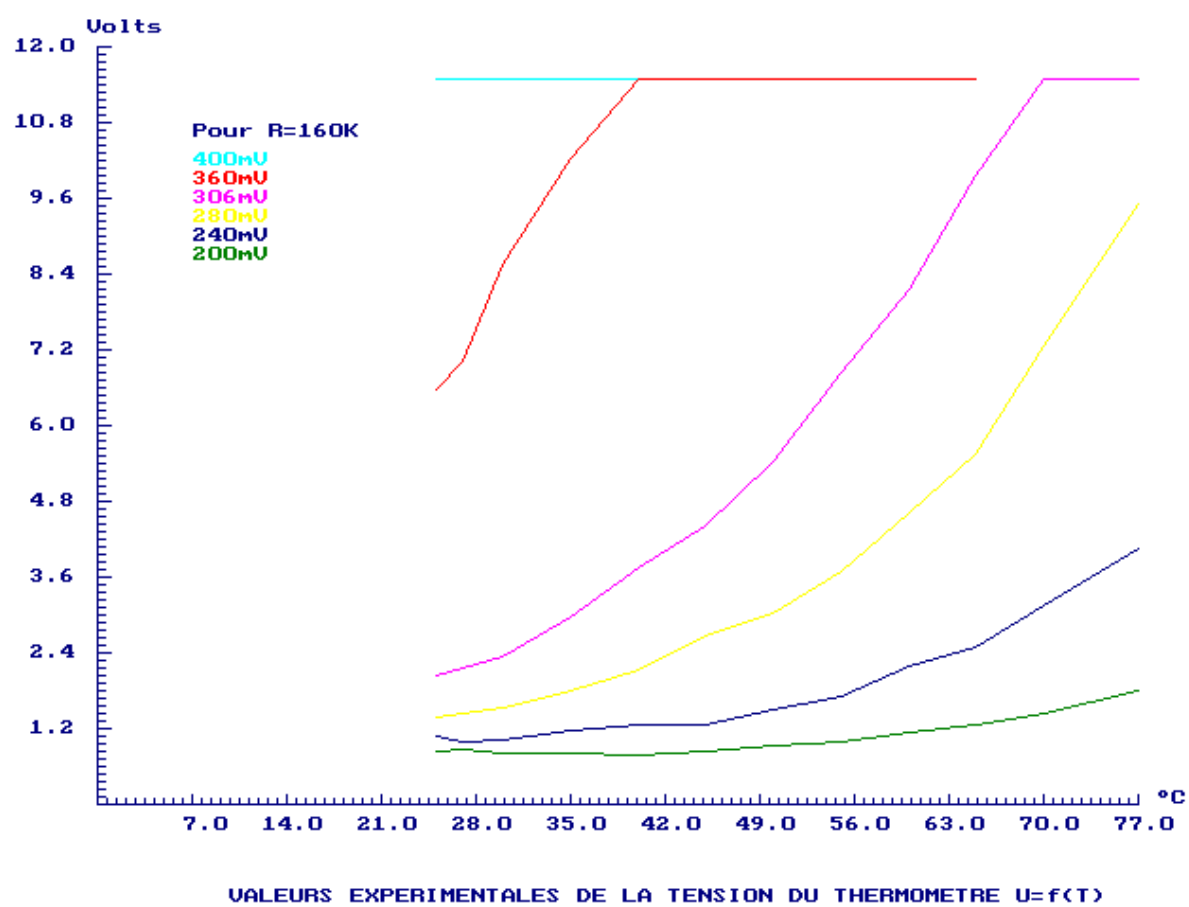


Figure V.I 10 Courbes d'étalonnage de synthèse extraites des données expérimentales
 $u_s = f(u_D(T))$ pour $R = 160K\Omega$

V-II – POTENTIEL REDOX

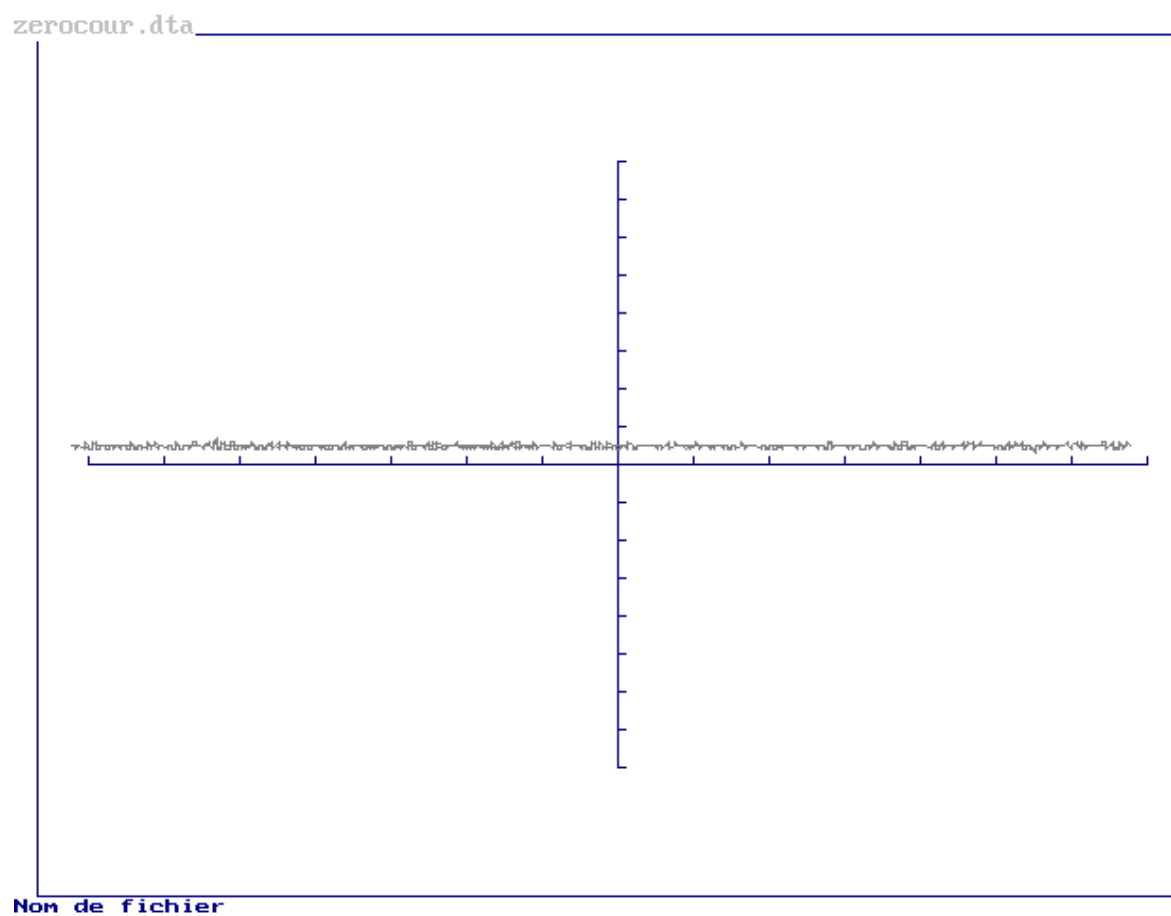


Figure V-II-1: « zéro courant » I_0 non ajusté

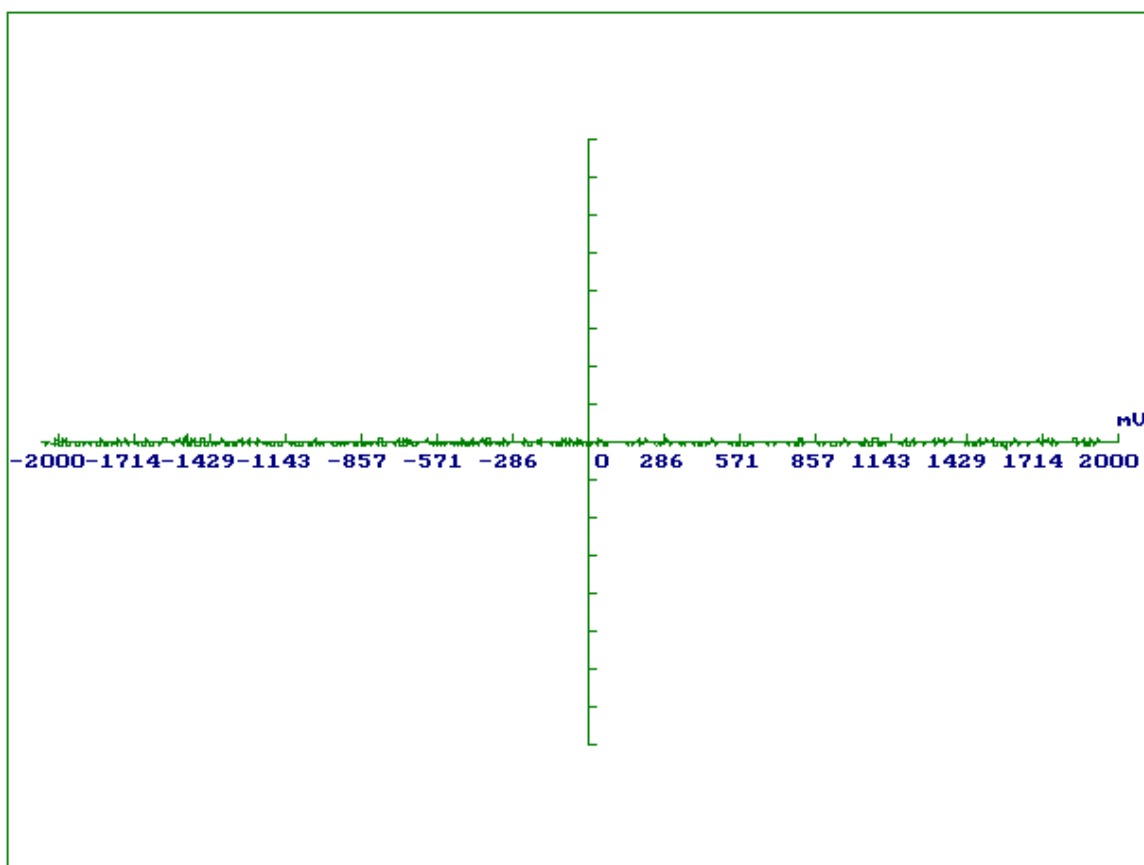


Figure V-II-2: 'zéro courant' I_0 ajusté

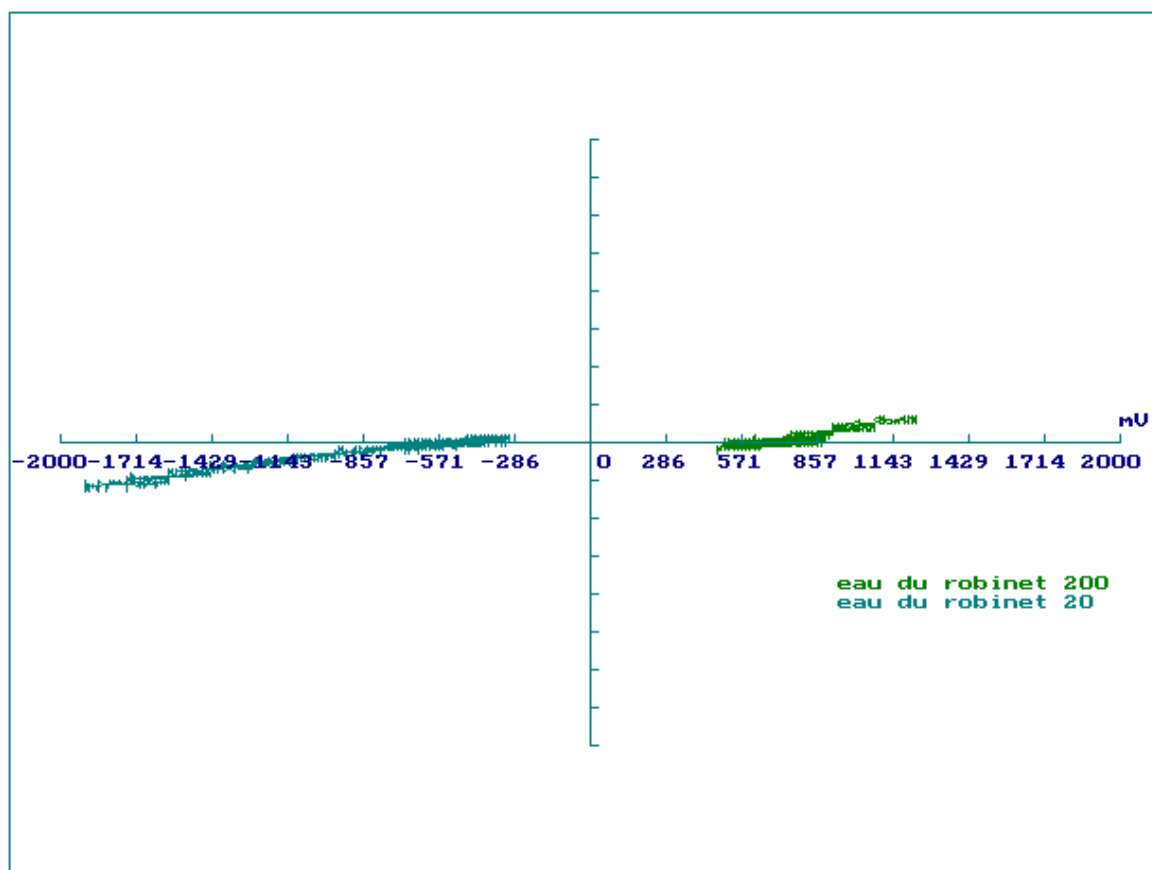


Figure V-II-3: Test de recherche de potentiel sur l'eau fraîche du robinet

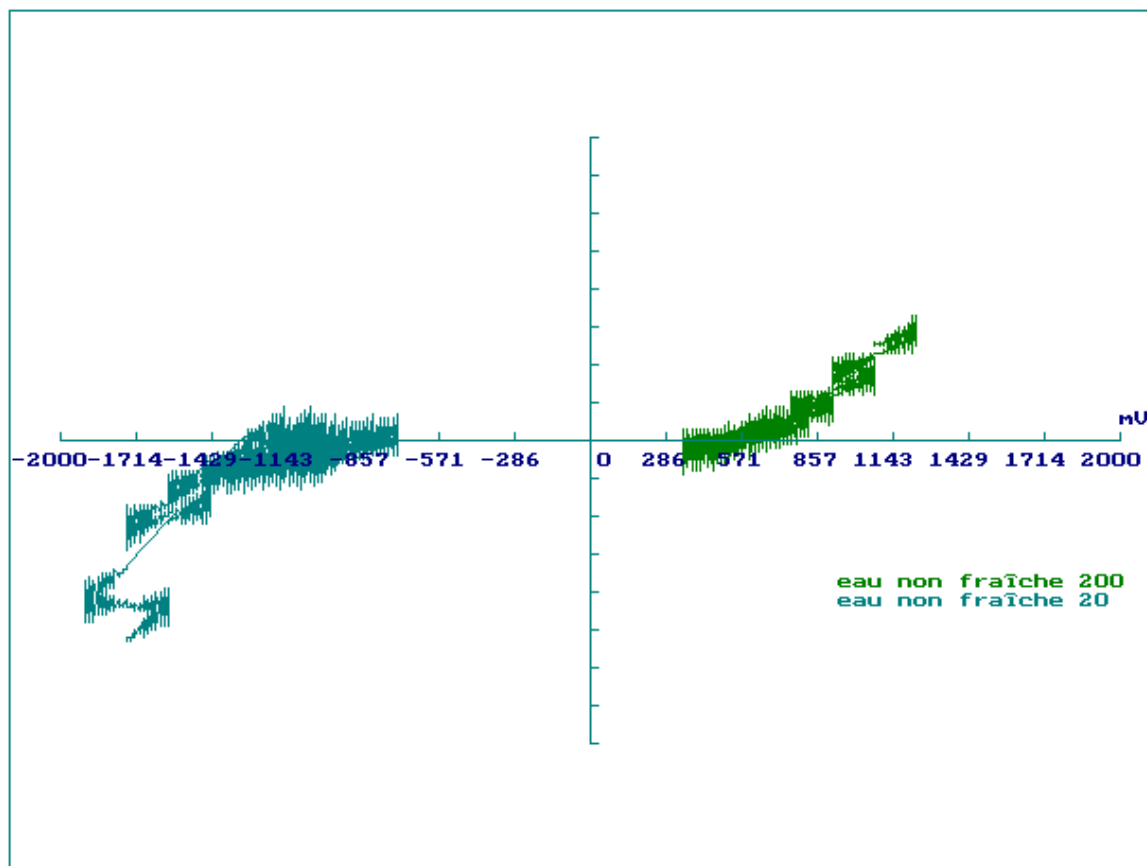


Figure V-II-4: Test de recherche de recherche sur l'eau non fraîche du robinet

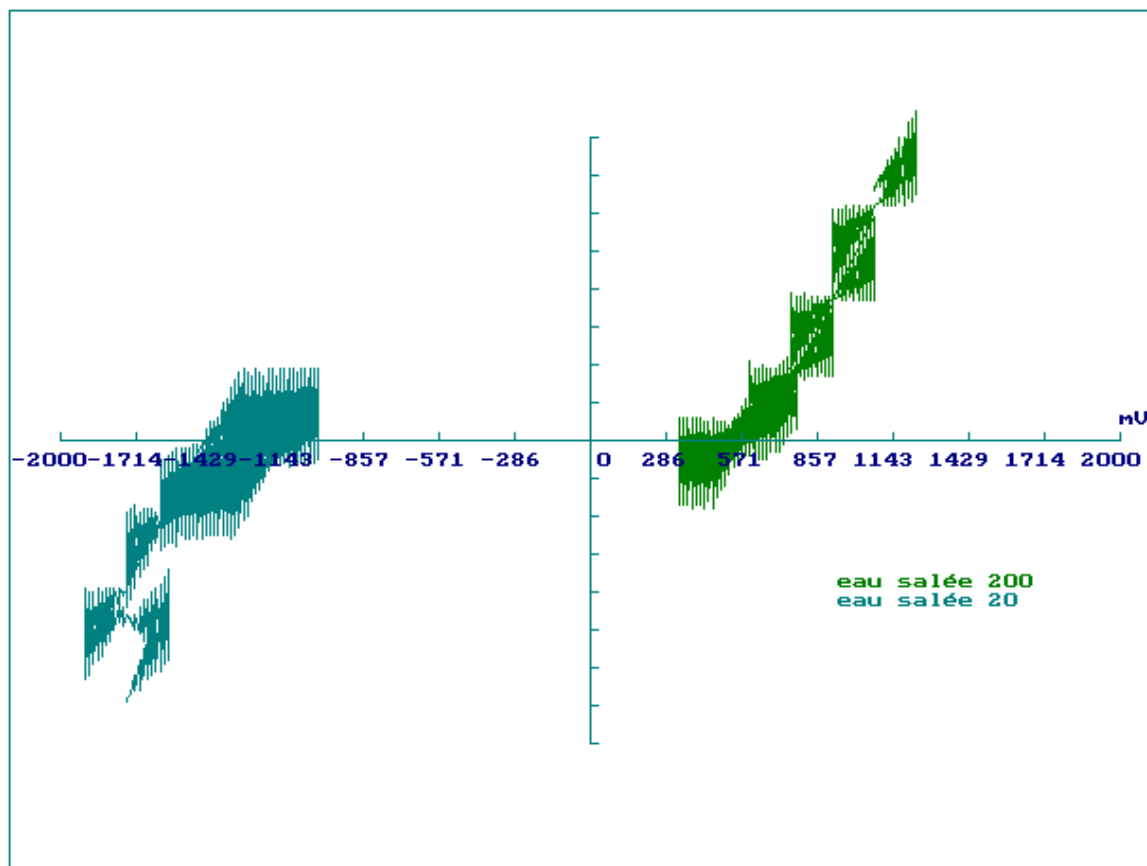


Figure V-II-5: Test de recherche sur l'eau salée

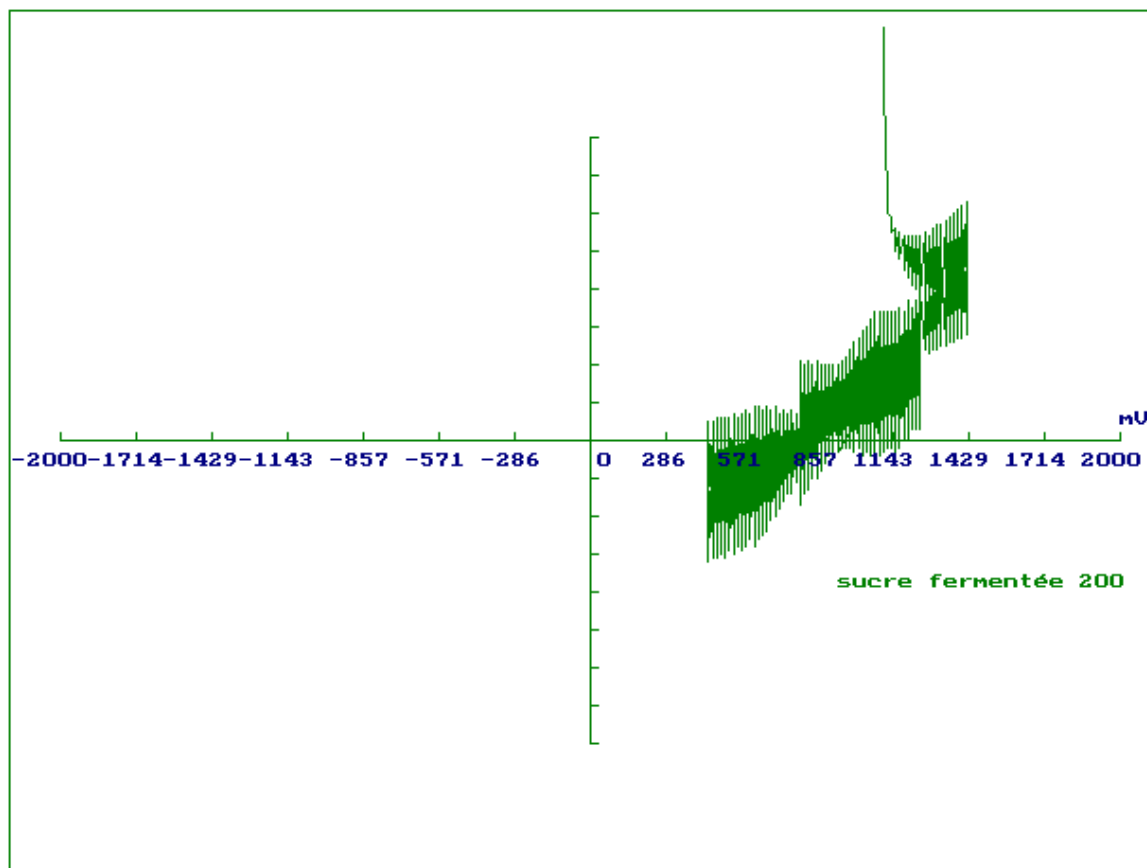


Figure V-II-6: Recherche à partir du potentiel de démarrage $u_0=1,137V$ (code = 200)

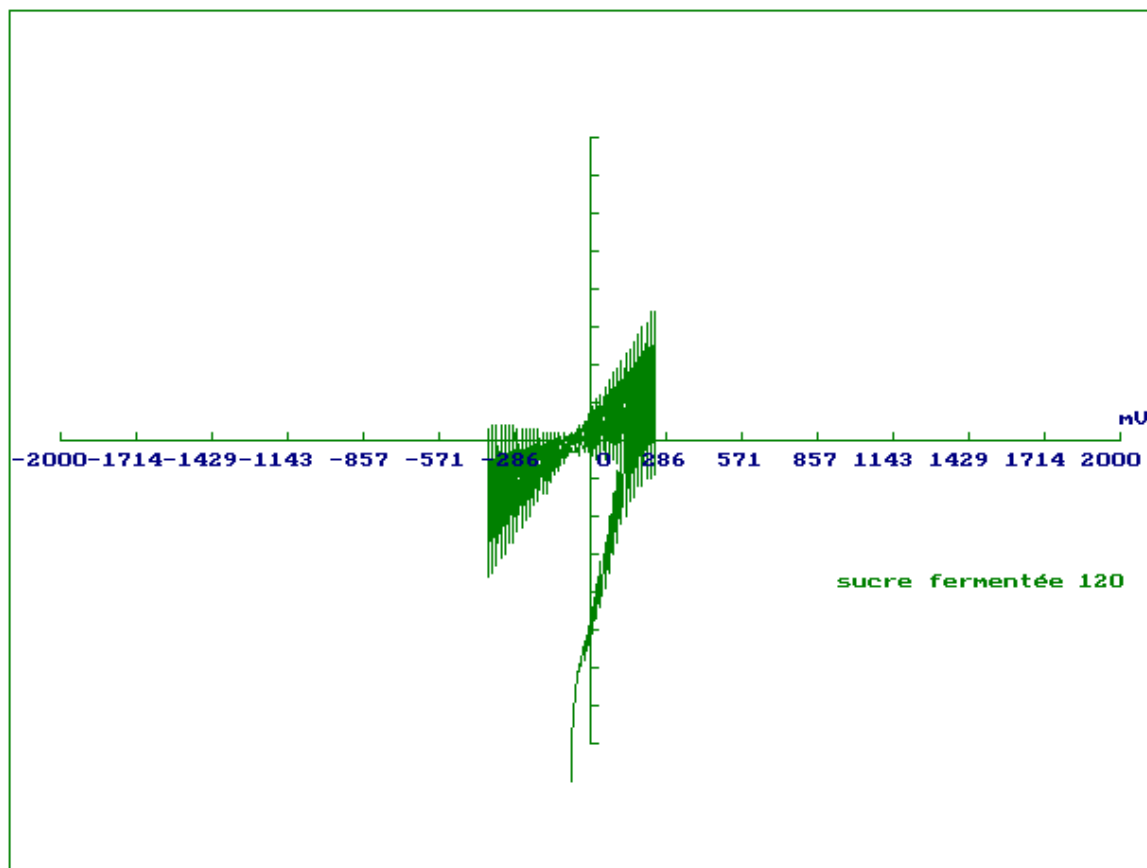


Figure V-II-7: Recherche à partir du potentiel de démarrage $u_0 = -0,118V$ (code = 120)

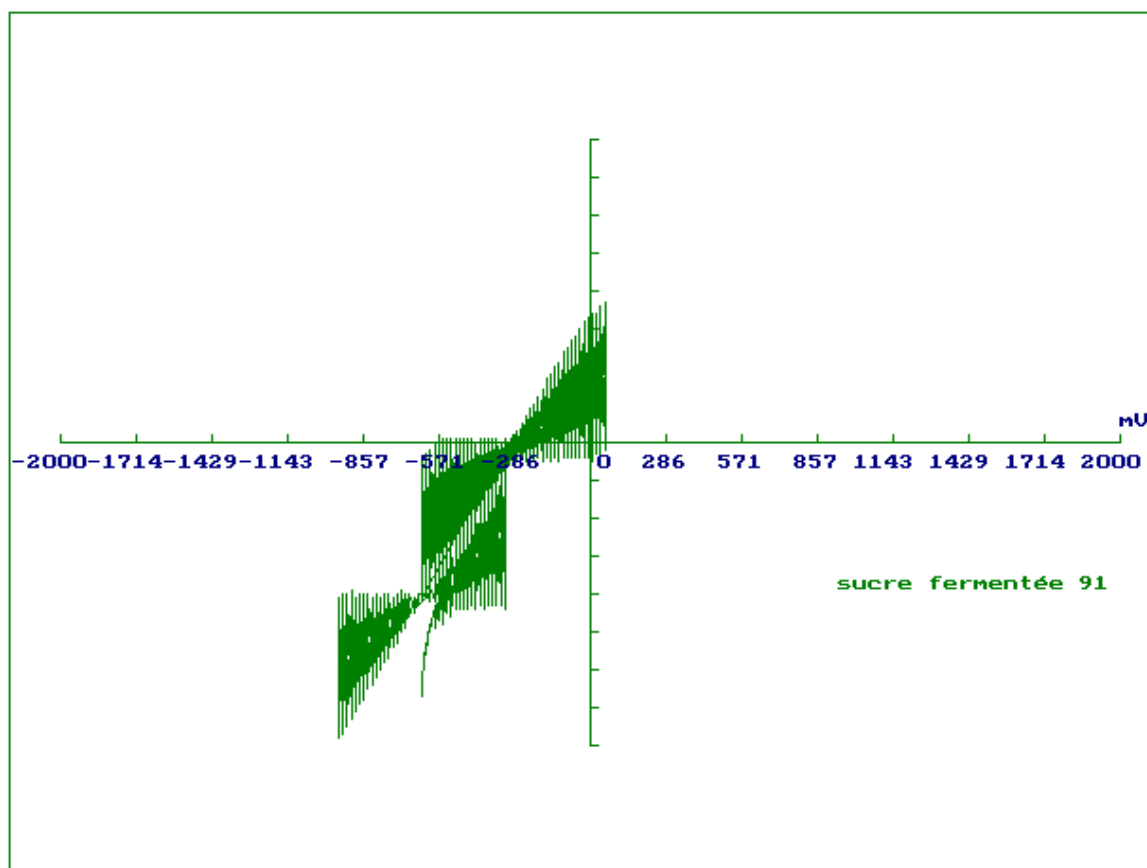


Figure V-II-8: Recherche à partir du potentiel de démarrage $u_0 = -0,573V$ (code = 91)

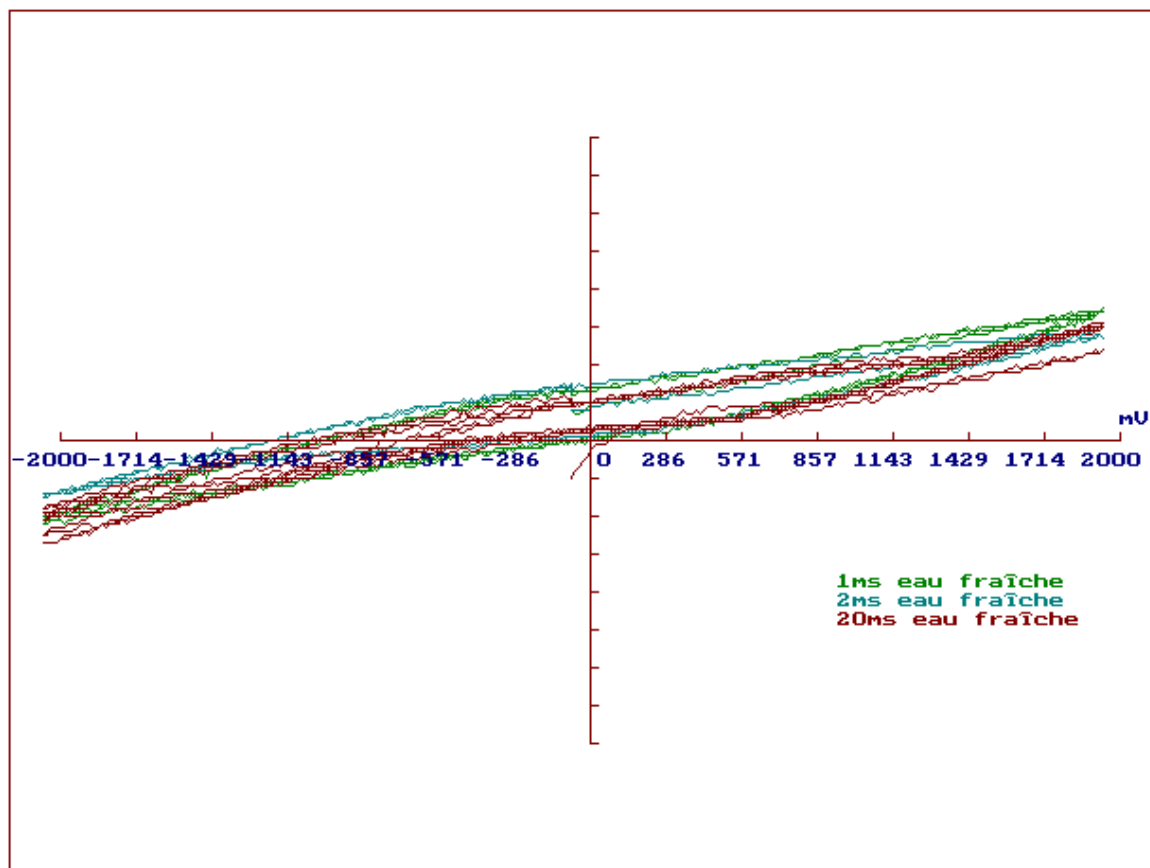


Figure V-II-9 : Courbes Intensité-potentiel de l'eau fraîche par sondage en mode escalier pour différentes durées de la marche : 1 et 2 puis 20 millisecondes

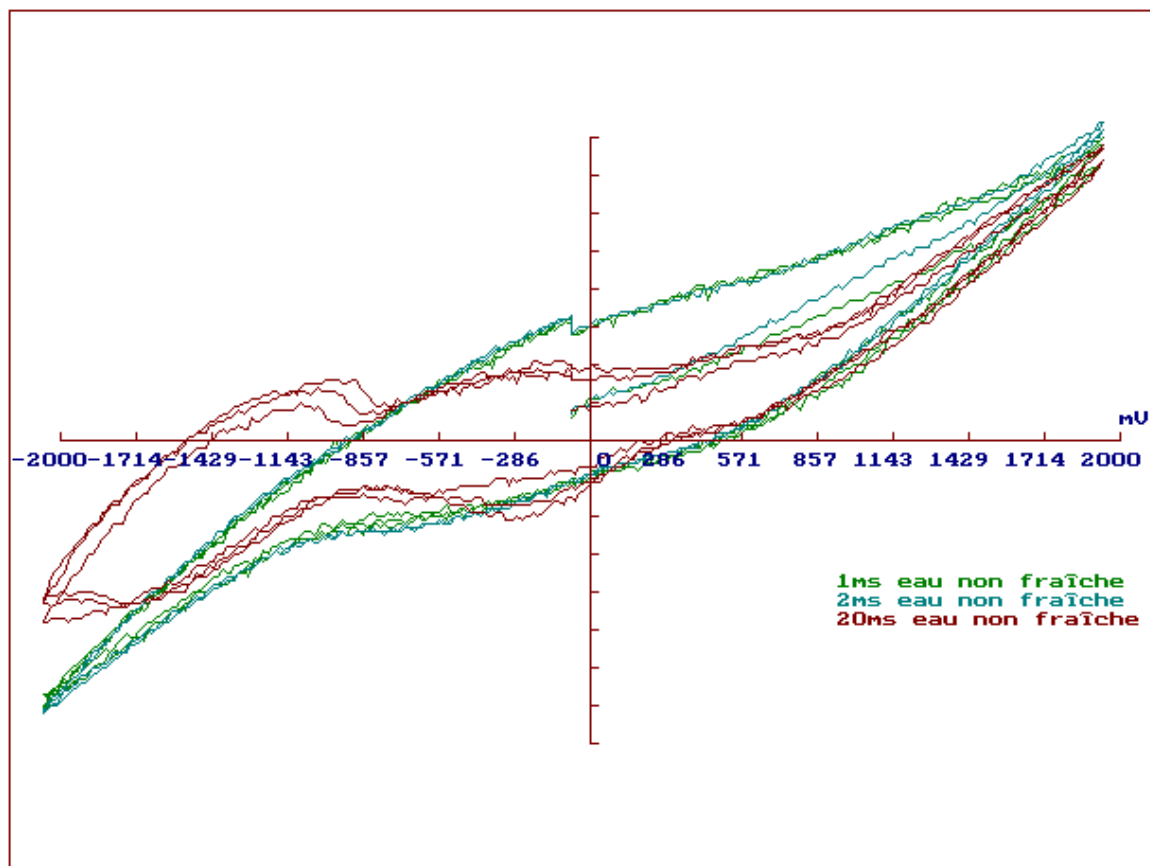


Figure V-II-10 : Courbes Intensité-potentiel de l'eau non fraîche par sondage en mode escalier pour différentes durées de la marche : 1 et 2 puis 20 millisecondes

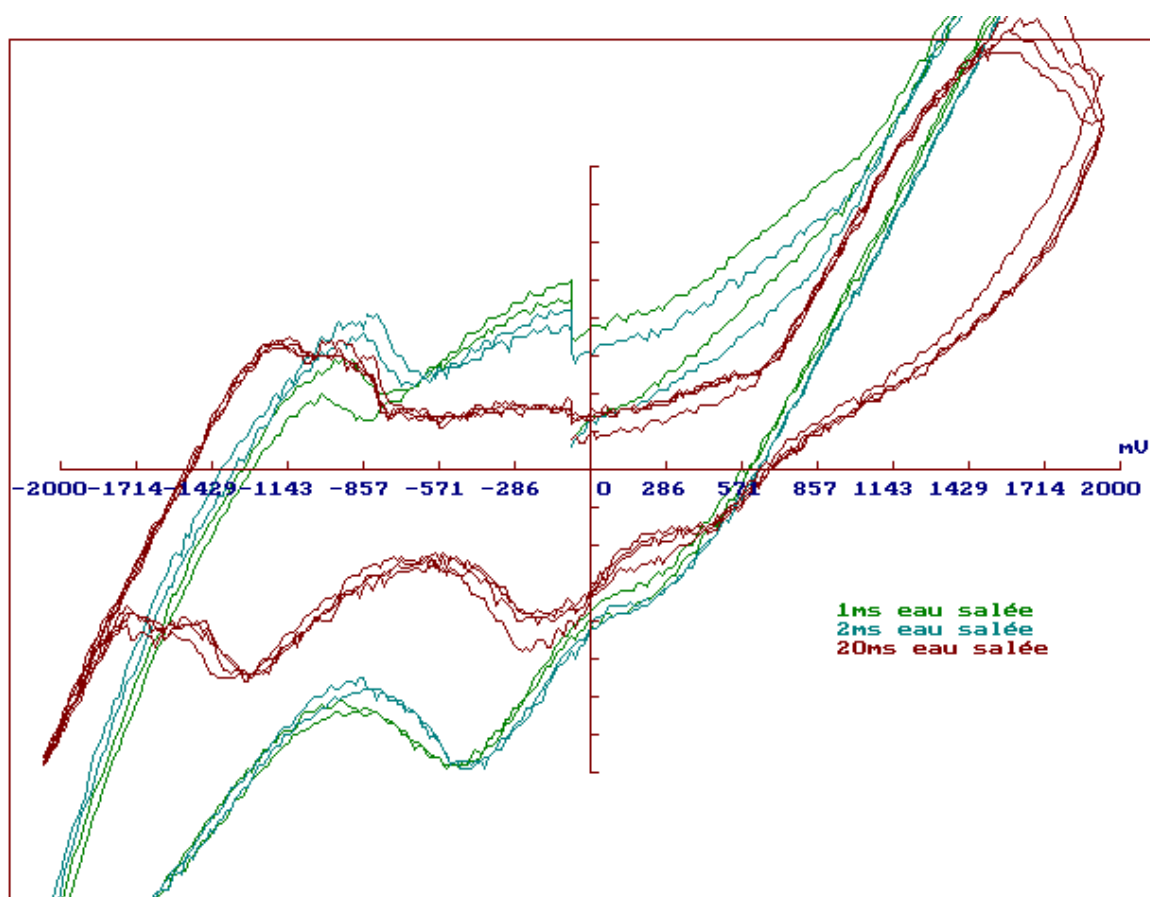


Figure V-II-11: Courbes Intensité-potentiel de l'eau salée par sondage en mode escalier pour différentes durées de la marche : 1 et 2 puis 20 millisecondes

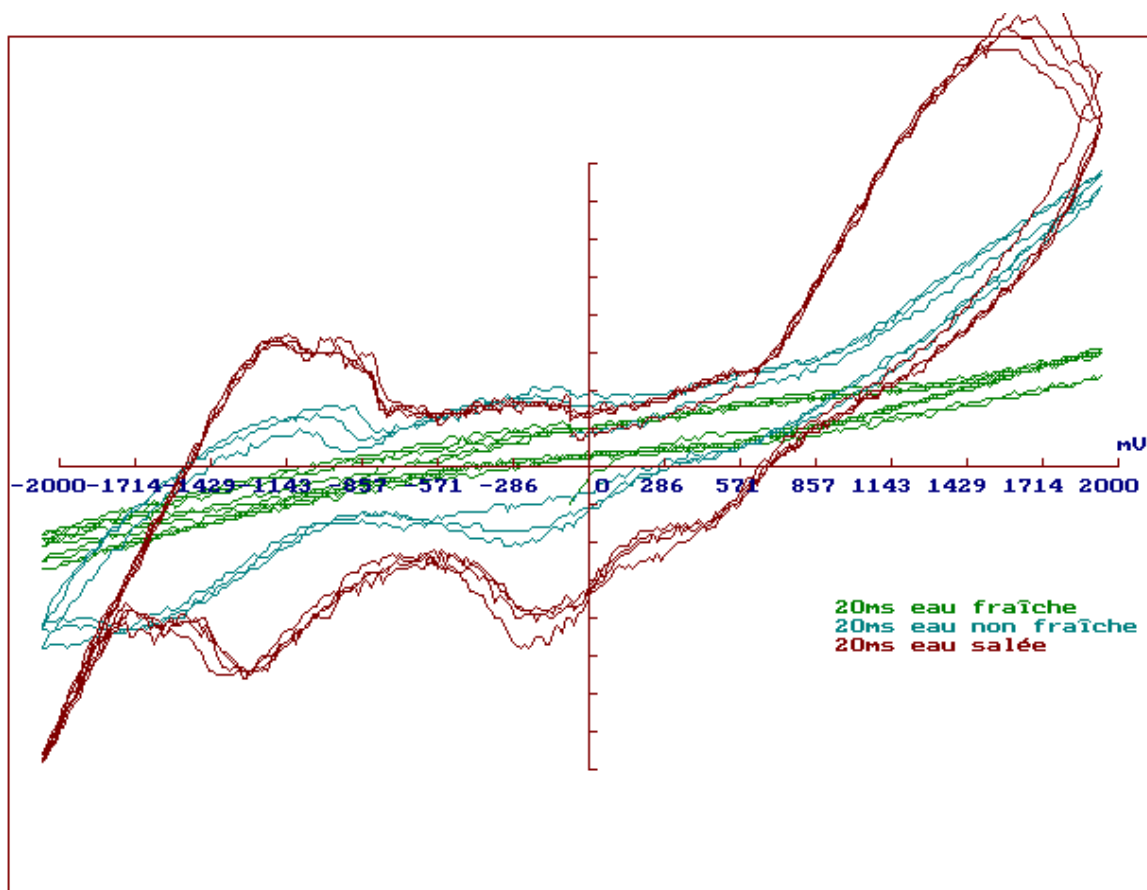


Figure V-II-12:: Courbes Intensité-potentiel par sondage en mode escalier d'une une même durée de la marche de 20 millisecondes pour différentes solutions

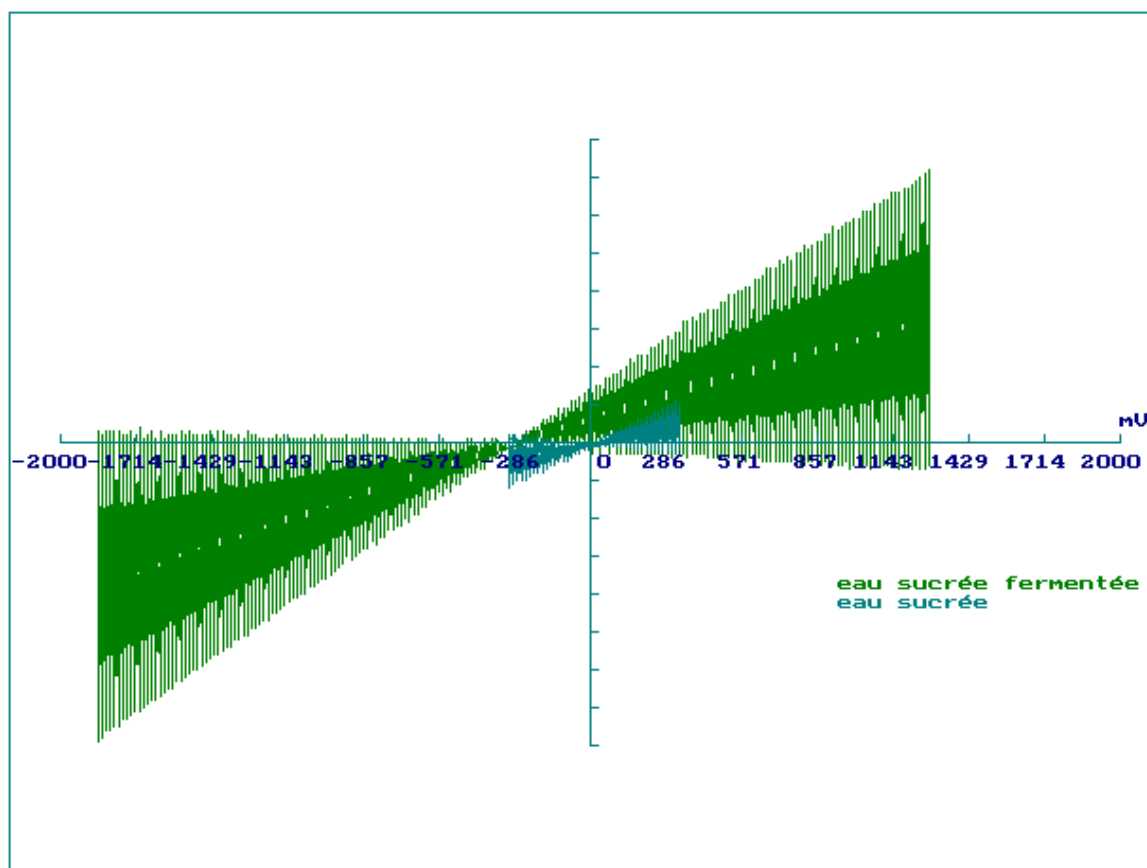


Figure V-II-13 Courbes en mode impulsion de durée 5ms et repos de 10ms, obtenues sur une eau sucrée non fermentée et sur une eau sucrée fermentée

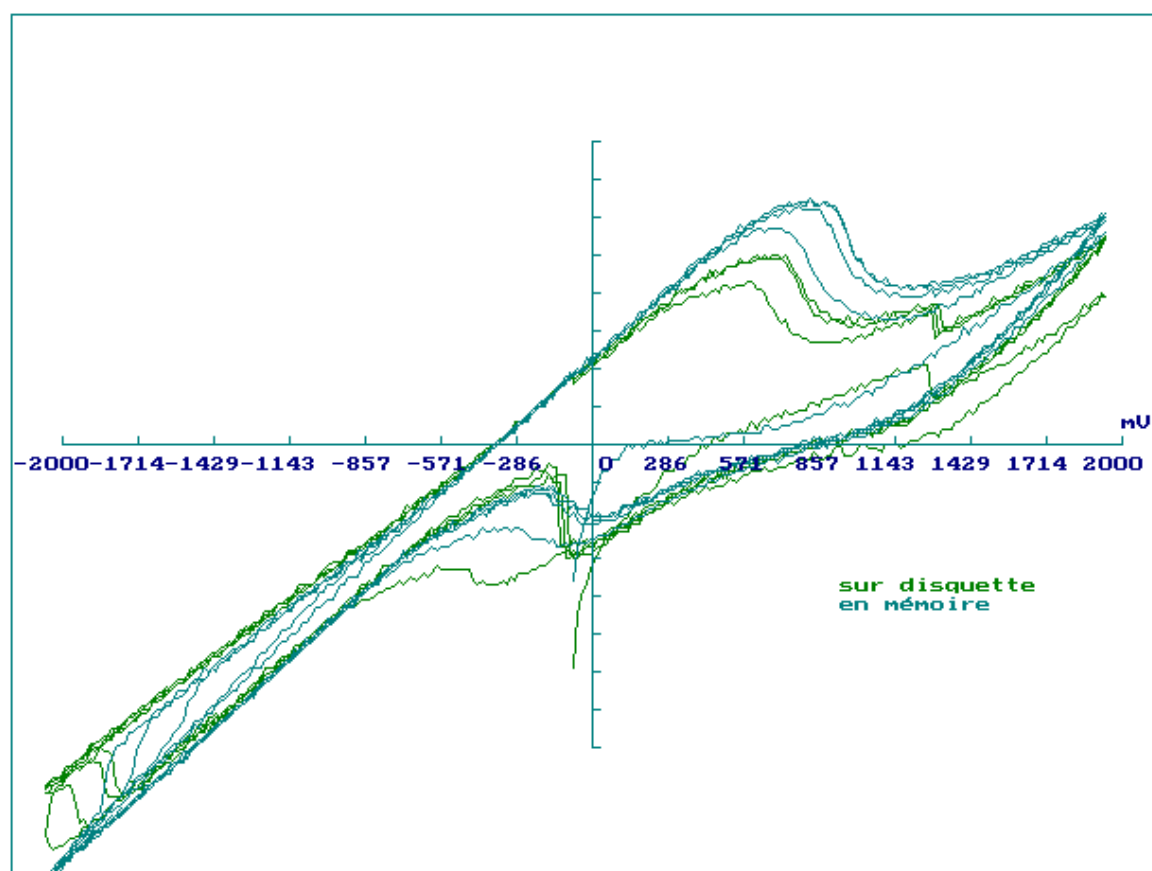
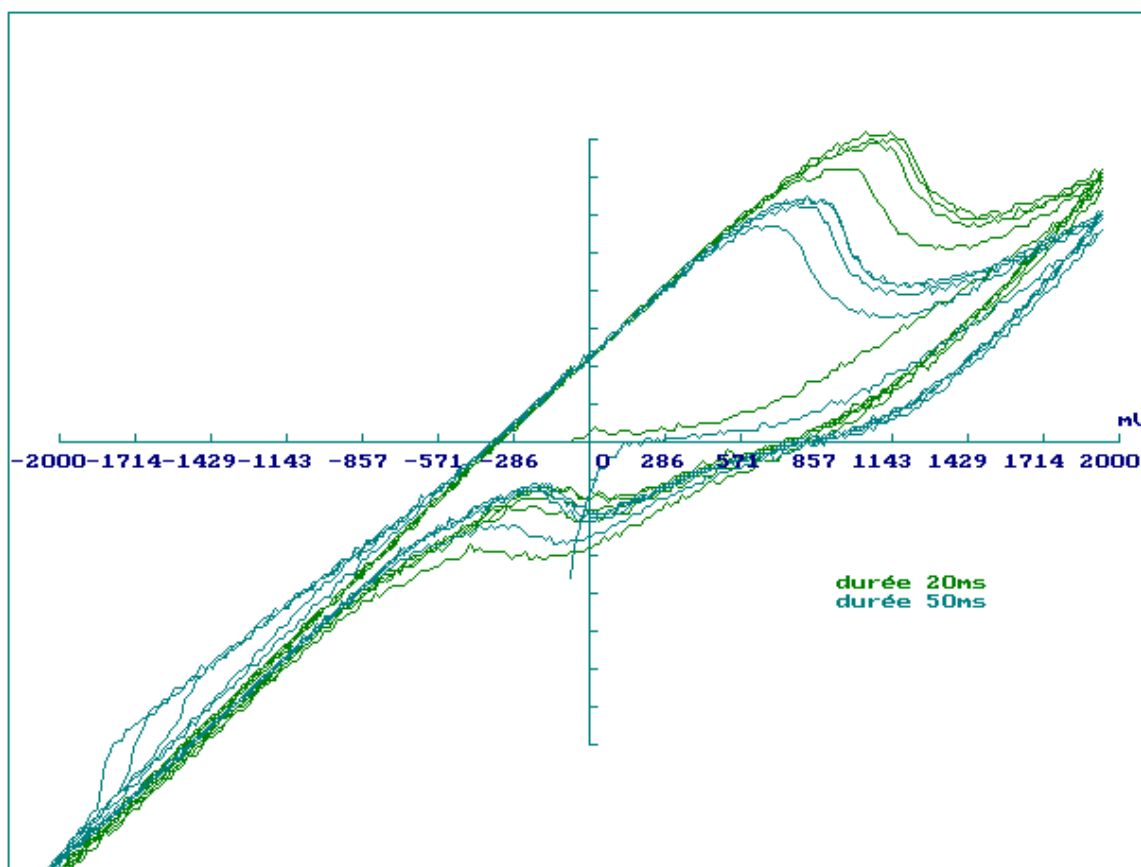


Figure V-II-14 Eau sucrée fermentée en mode escalier de marche 50ms : enregistrement sur disquette et en mémoire



*Figure V-II-15 Eau sucrée fermentée en mode escalier de marche 20ms et 50ms
enregistrement en mémoire*

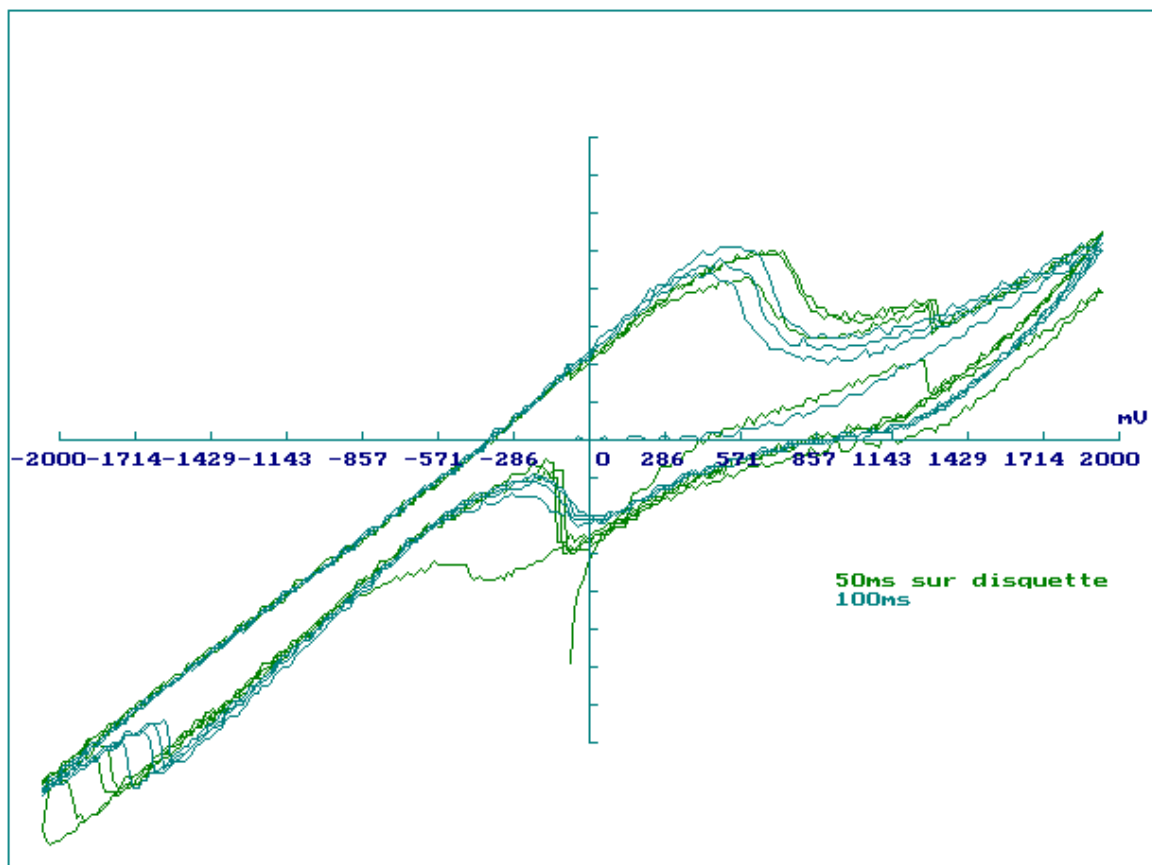
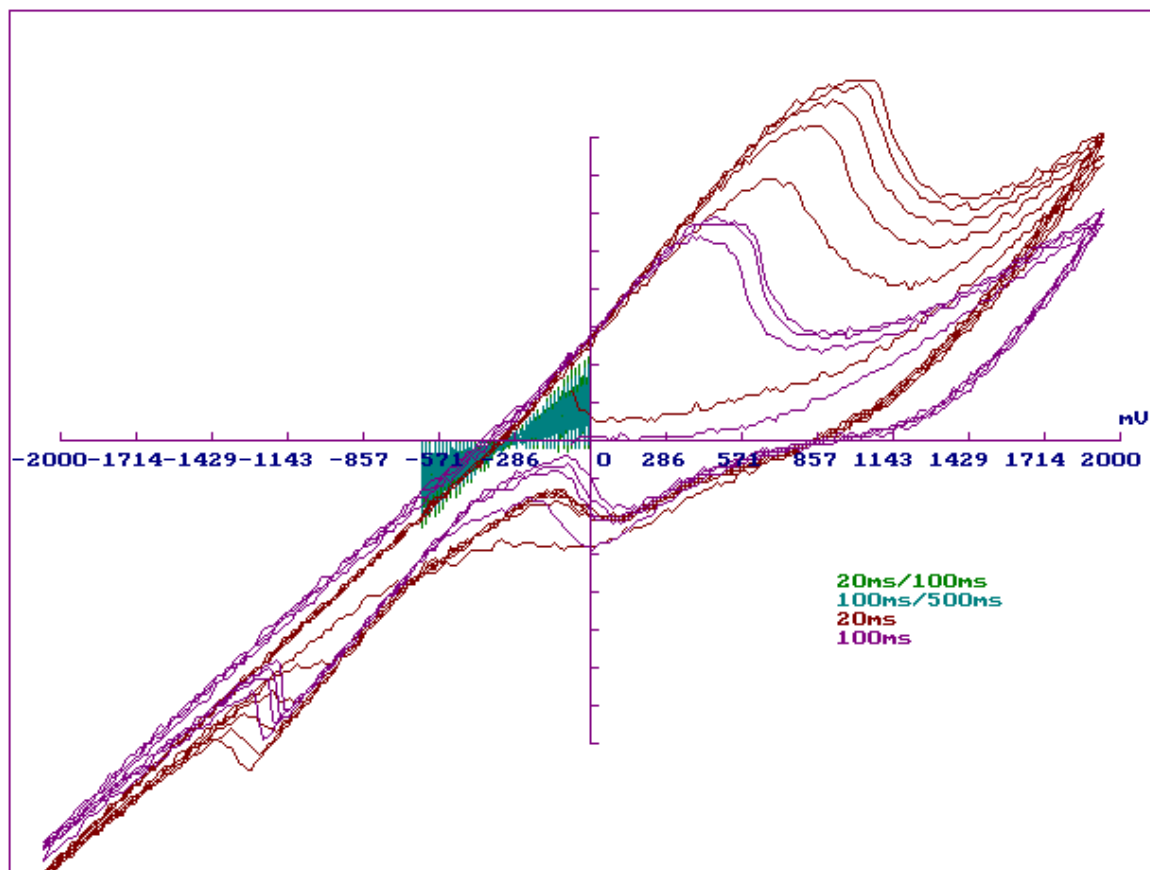
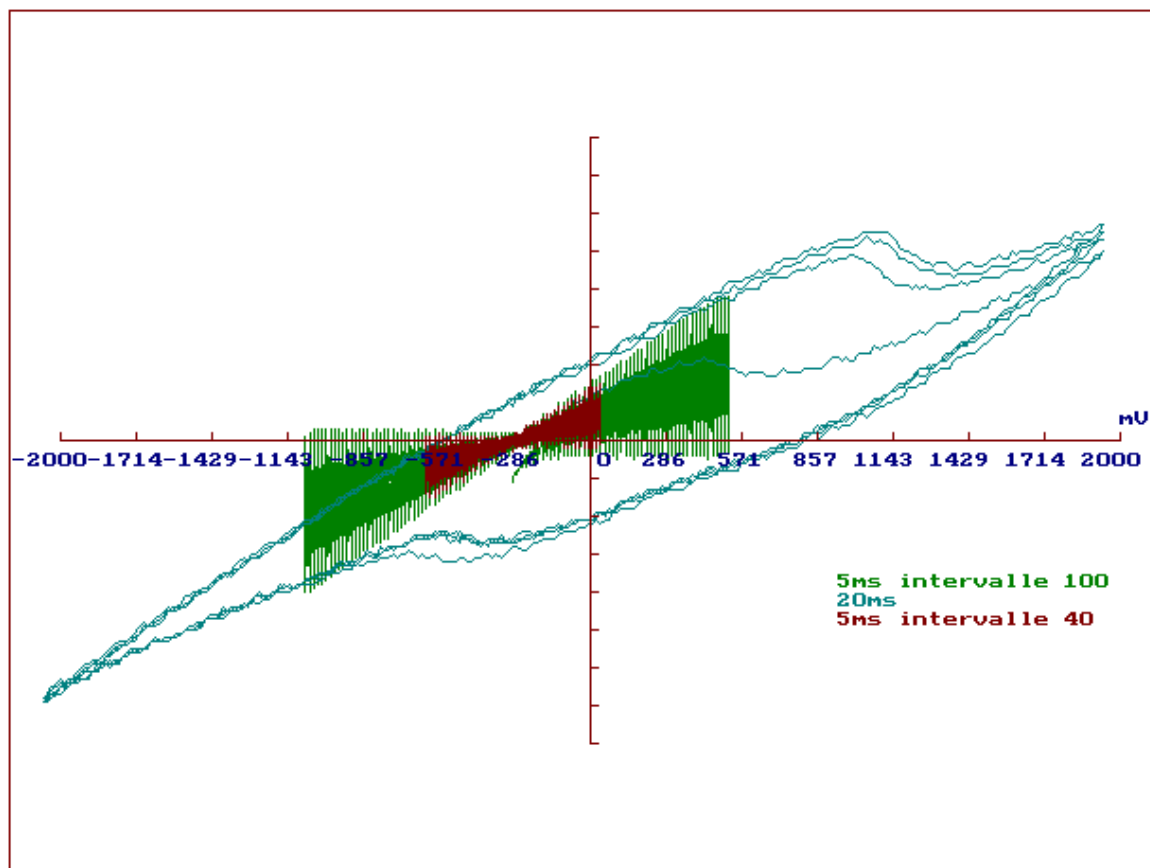


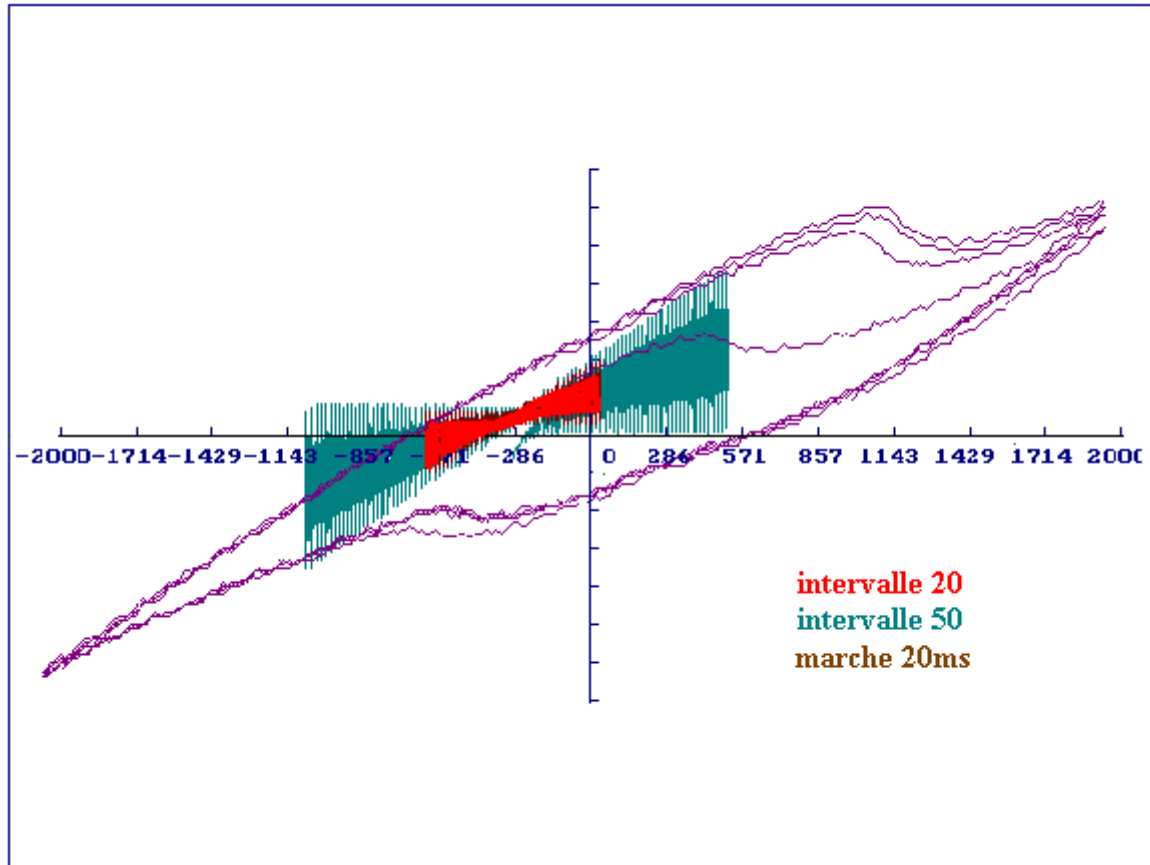
Figure V-II-16 Comparaison des courbes : de 50ms de marche avec enregistrement sur disquette et 100ms de marche mais en mémoire



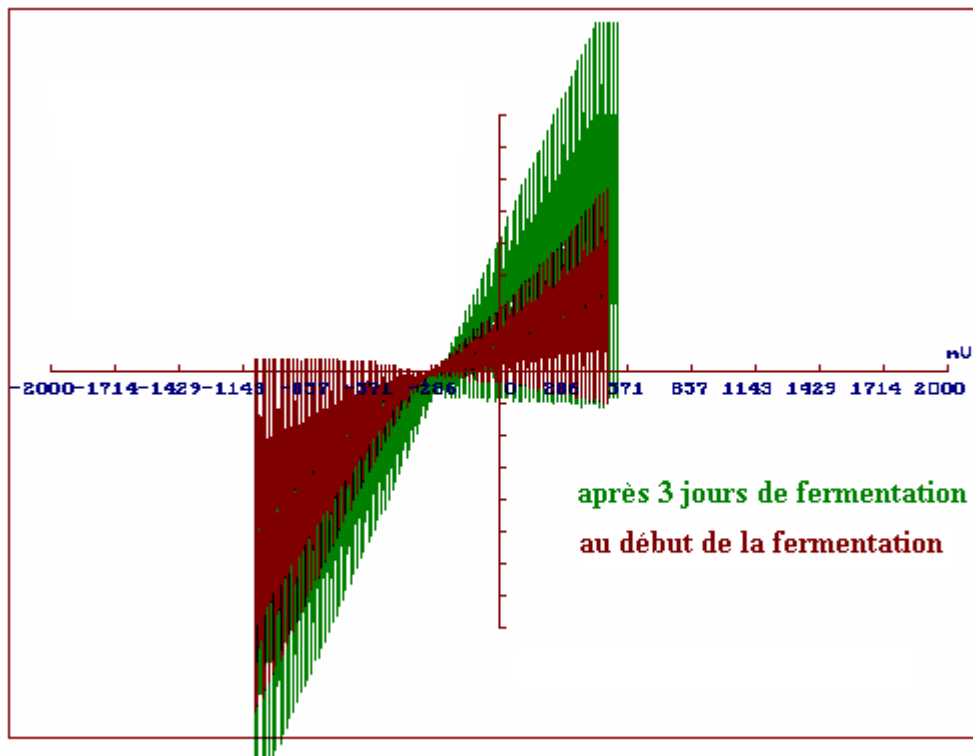
*Figure V-II-17 Comparaison des courbes :
de 20ms et 100ms de durée de sonde en impulsion avec le même rapport cyclique 1/6
puis de 20ms et 100ms de durée de marche en mode escalier*



*Figure V-II-18 Superpositions des 3 courbes :
 2 de même durée 5ms de sonde en impulsion avec différentes largeurs d'intervalle 100 et 40
 puis une de 20ms de marche en mode escalier*



*Figure V-II-19 : Superposition des 3 courbes prélevées en début de fermentation
dont 2 en impulsion de même taux cyclique 1/3 et de même durée 5ms
et une en escalier de marche 20ms*



*Figure V-II-20 : Courbes obtenues au début et après 3 jours de fermentation
En mode impulsion pour le même taux cyclique 1/3 et de même durée 5ms*

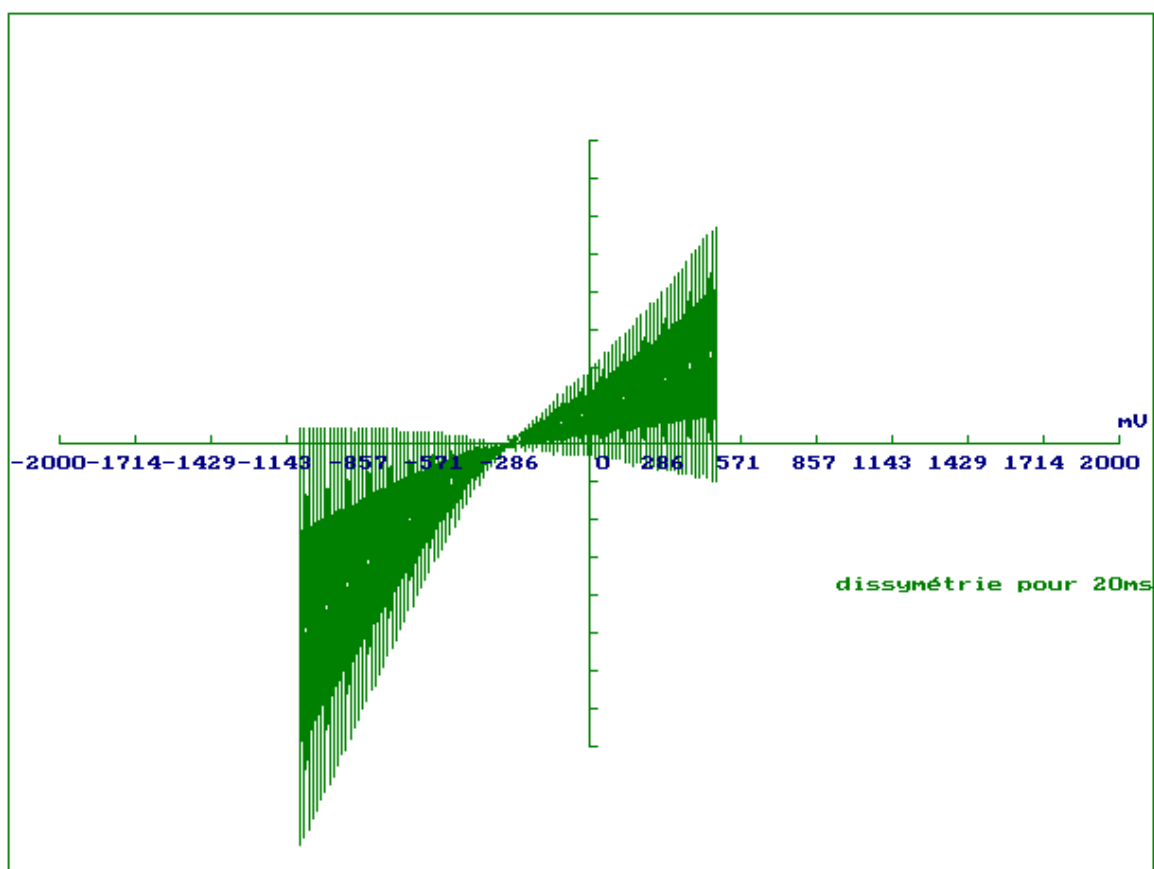


Figure V-II-21 Aspect dissymétrique de la réaction d'oxydoréduction après 3 jours de fermentation pour une impulsion de taux cyclique 2/7 et de durée 20ms

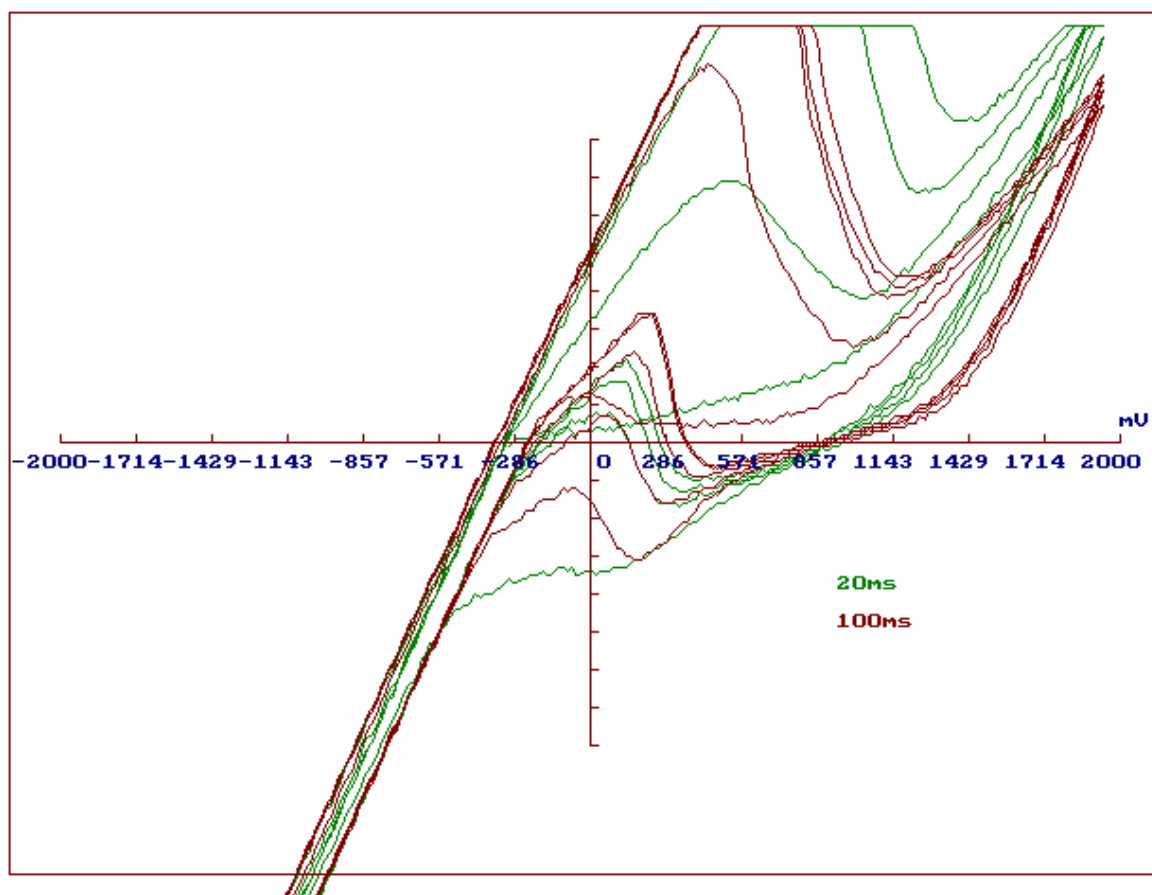


Figure V-II-22 : Evolutions des courbes dans le sens de l'augmentation du courant d'oxydation pour des durées différentes de l'impulsion

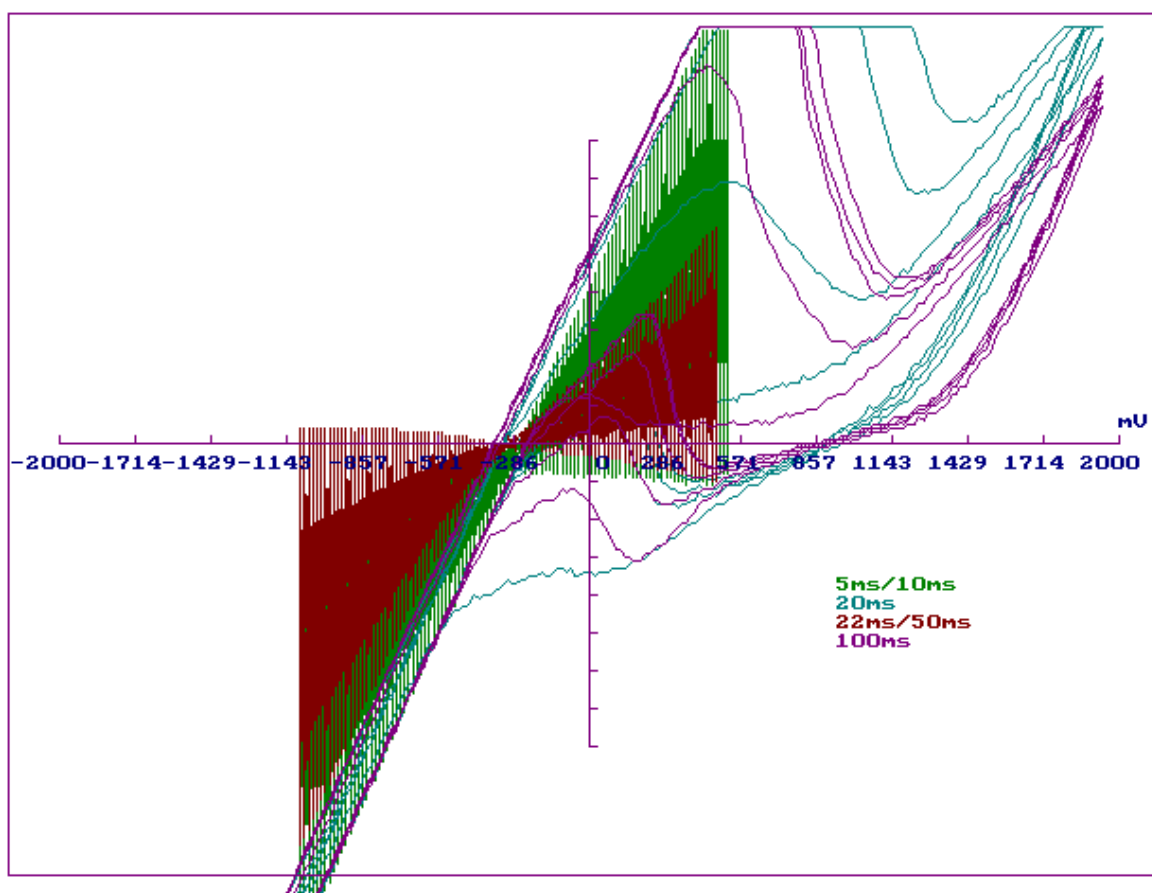


Figure V-II-23 : superposition des différentes courbes obtenues après 3 jours de fermentation pour différents modes et pour différents paramètres

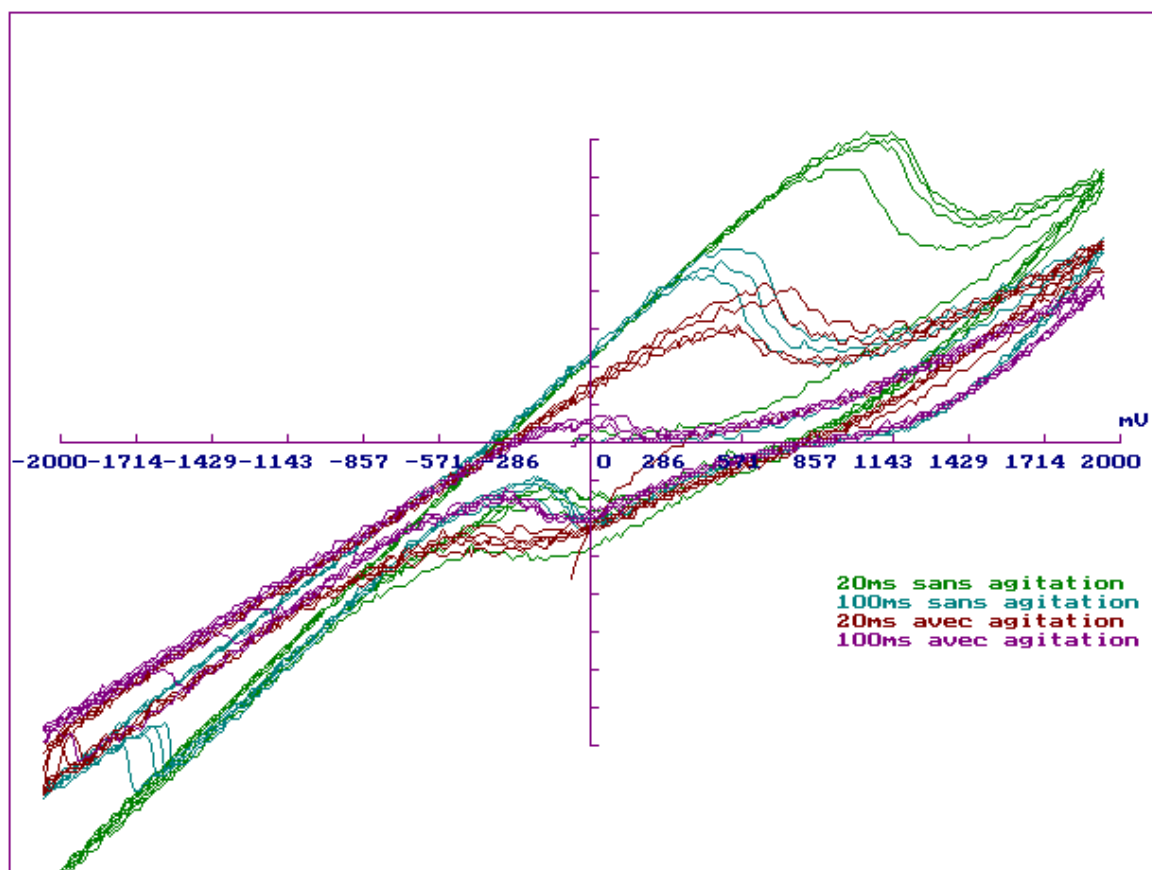


Figure V-II-24 Effets de l'agitation sur l'allure des réactions

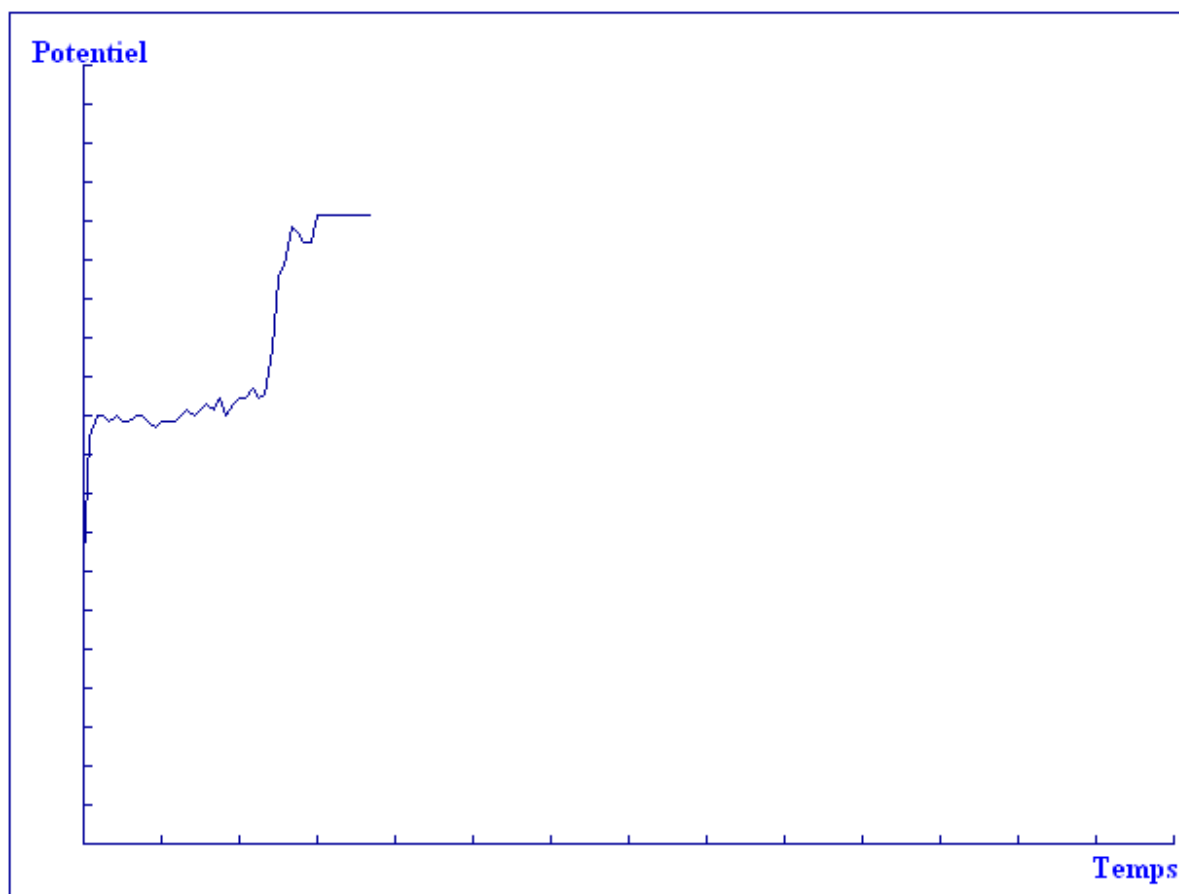


Figure V-II-25 Essai de suivi du potentiel lors de la réaction de K_2MnO_4 sur $FeSO_2$

V-III – ACQUISITION DE DONNEES

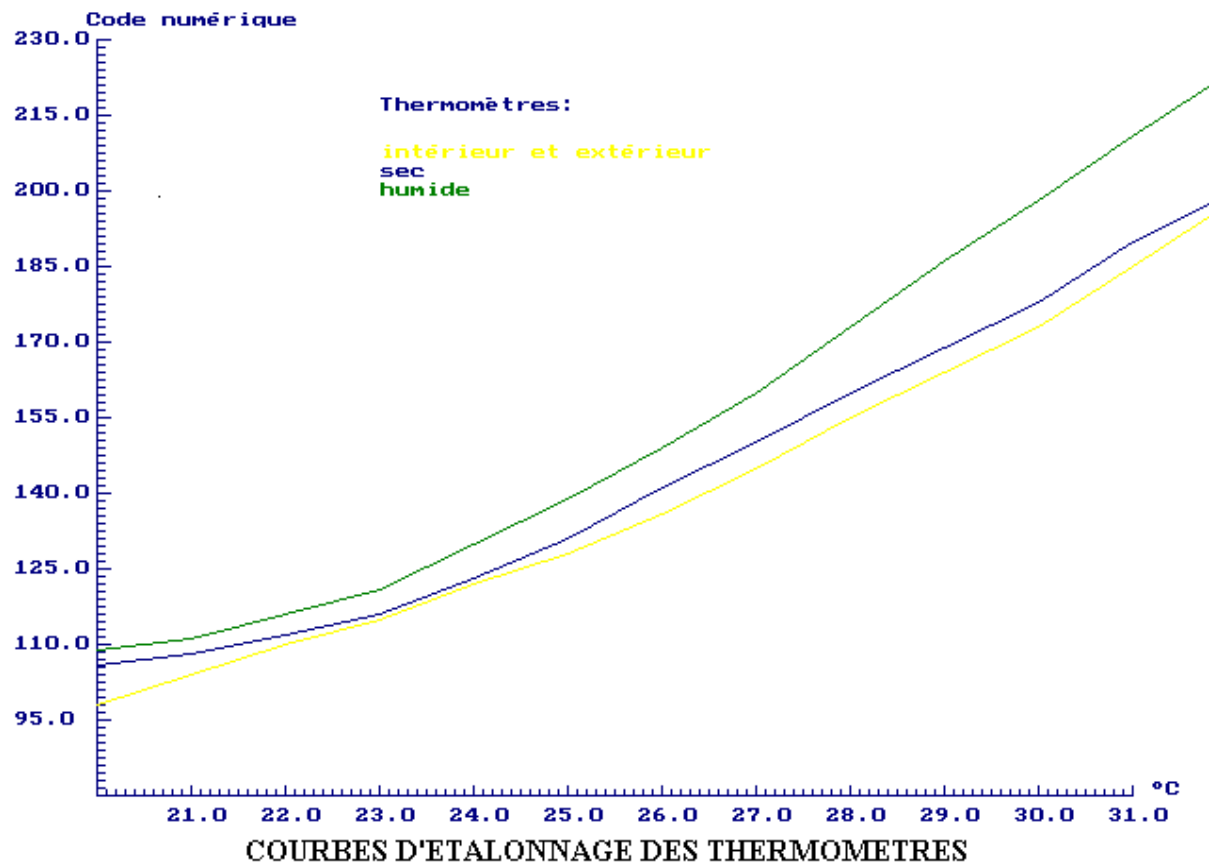
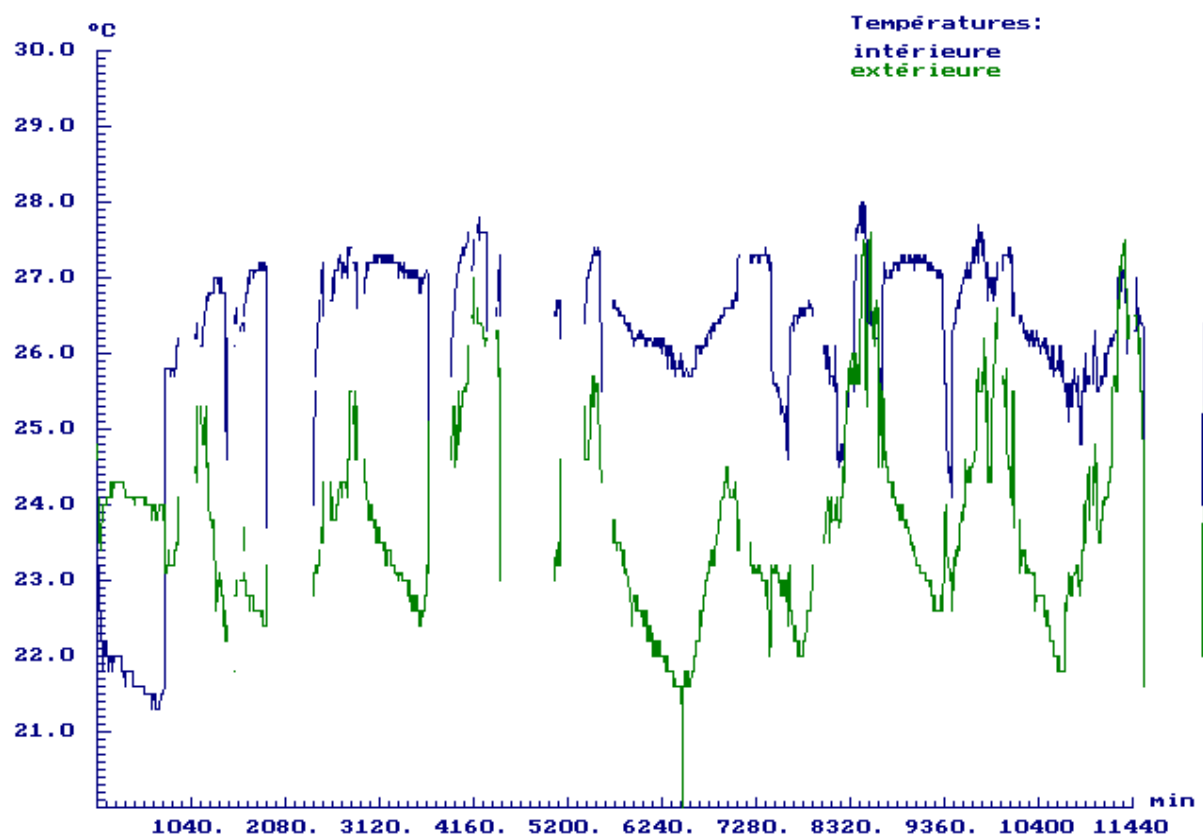


Figure V-III-1 Etalonnage des thermomètres



EVOLUTION DES TEMPERATURES INTERNE ET EXTERNE

Figure V-III-2 Températures interne et externe de la serre

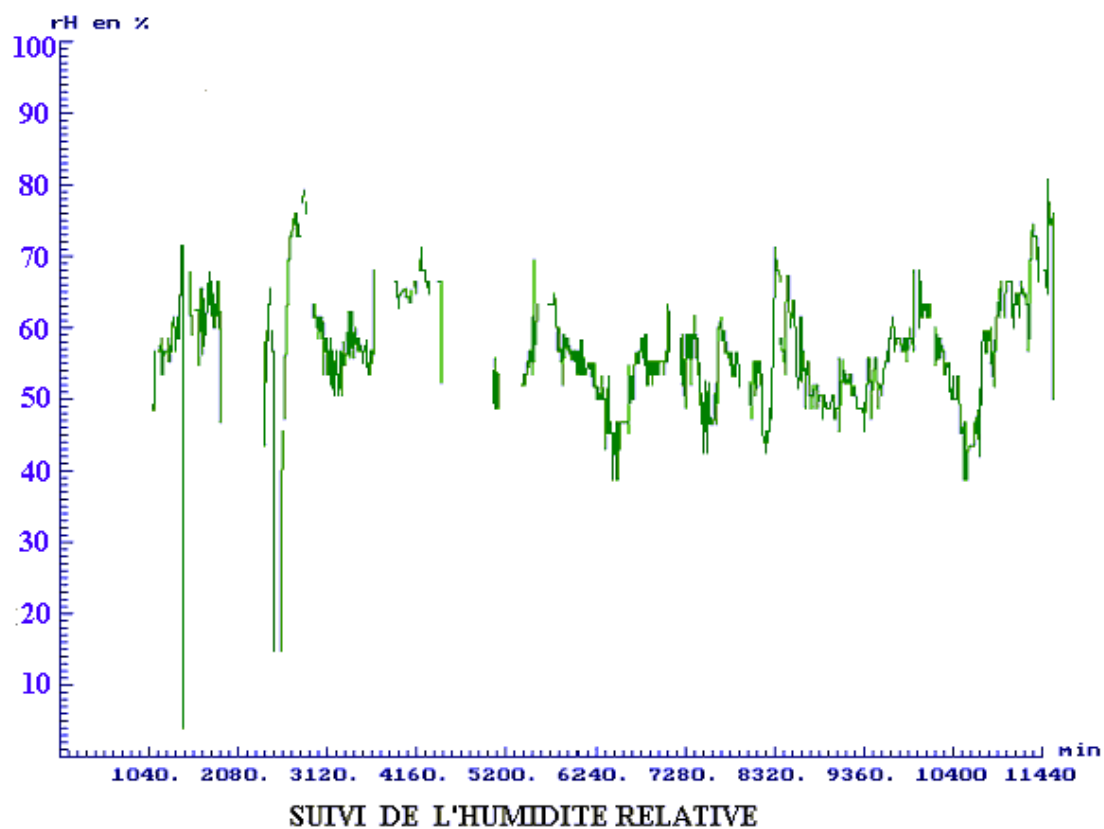


Figure V-III-3 Evolution de l'humidité relative de l'air

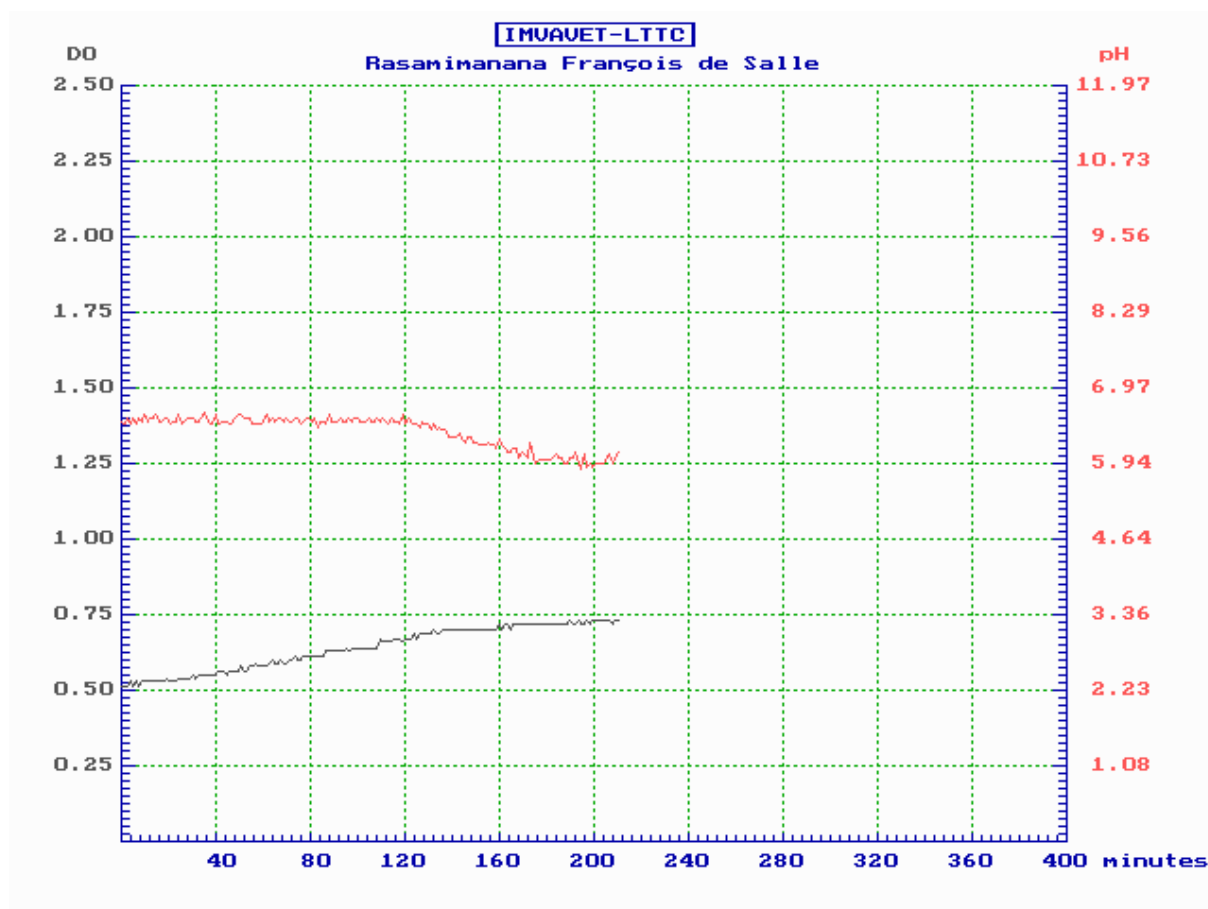


Figure V-III-4 : Courbes de pH et de DO sans régulateur de pH

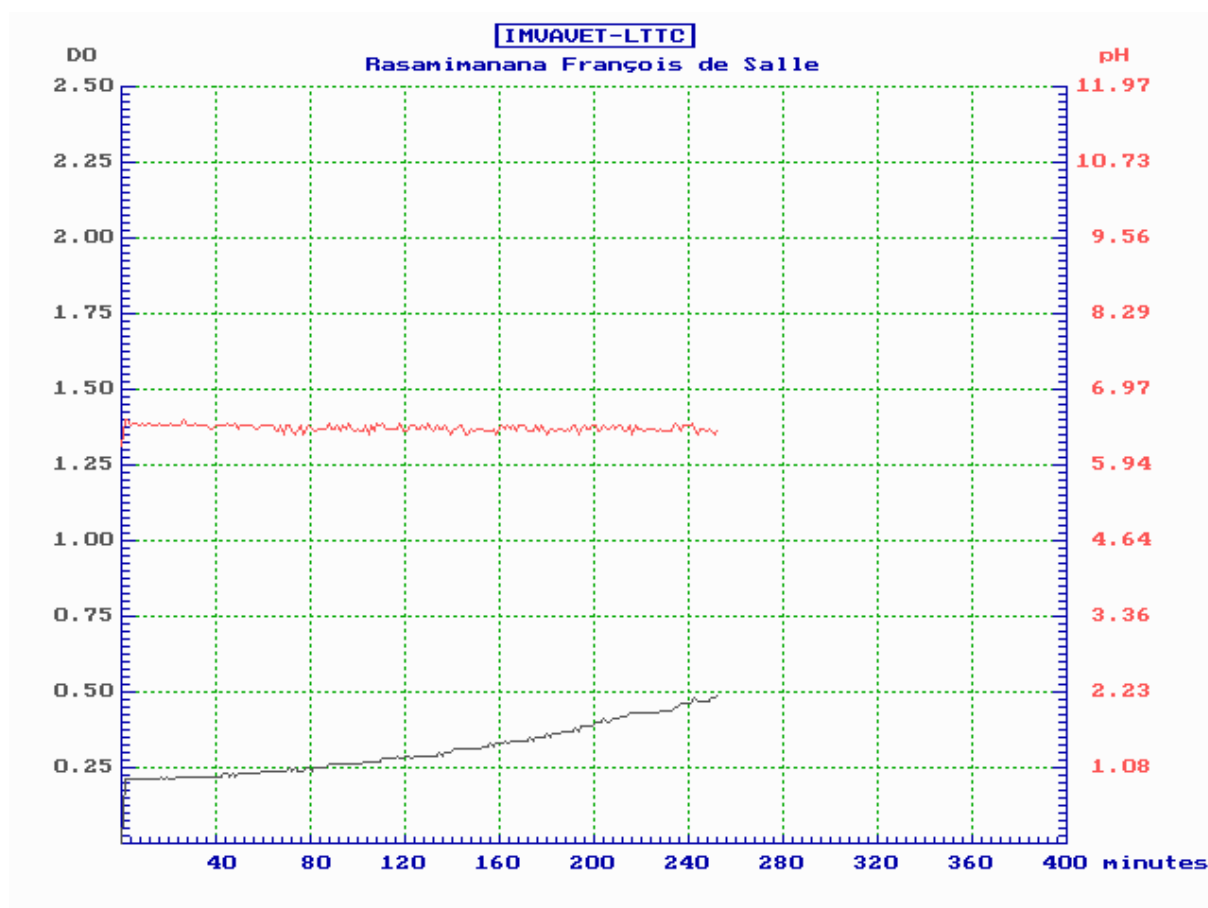


Figure V-III-5 : Courbes de pH et de DO avec régulation du pH, souche 1

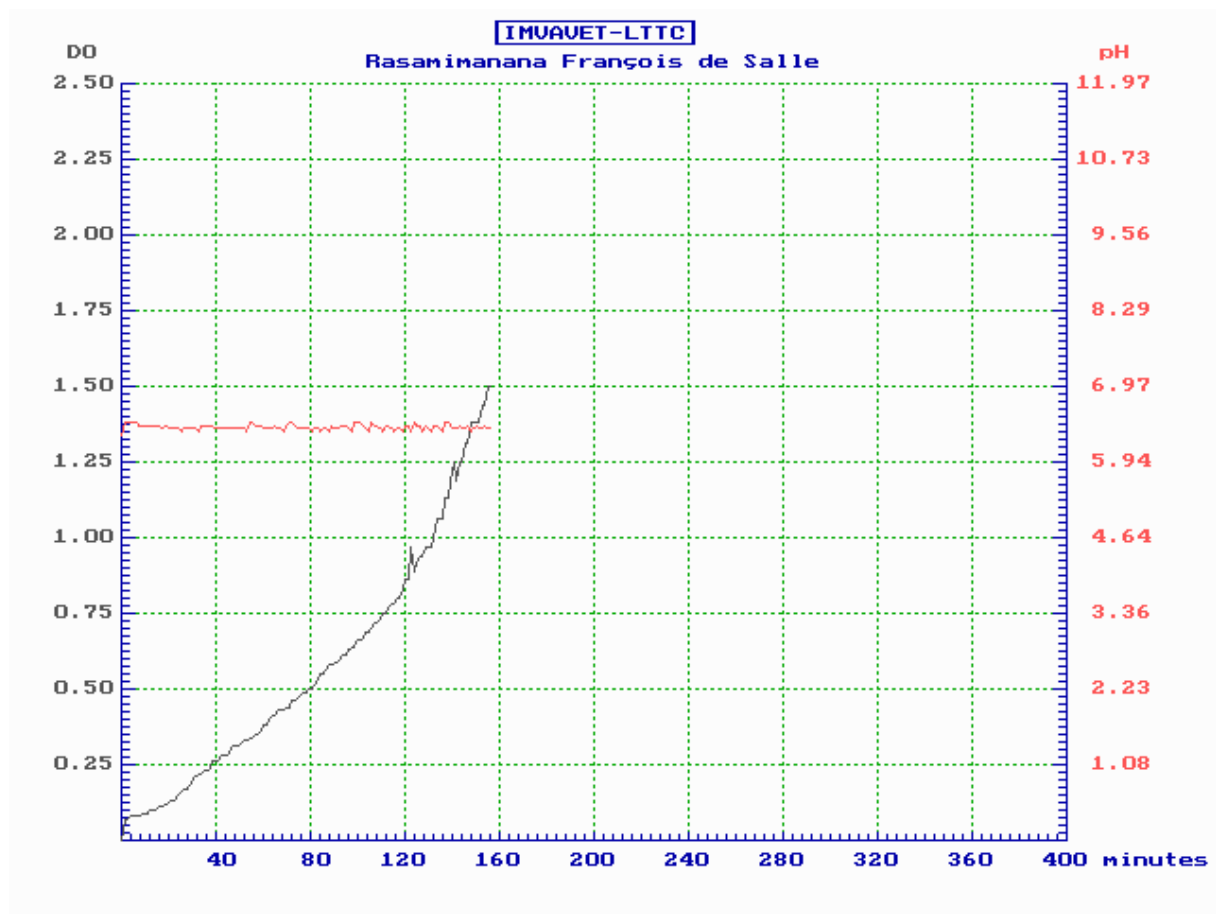


Figure V-III-6 : Courbes de pH et de DO avec régulation du pH, souche2

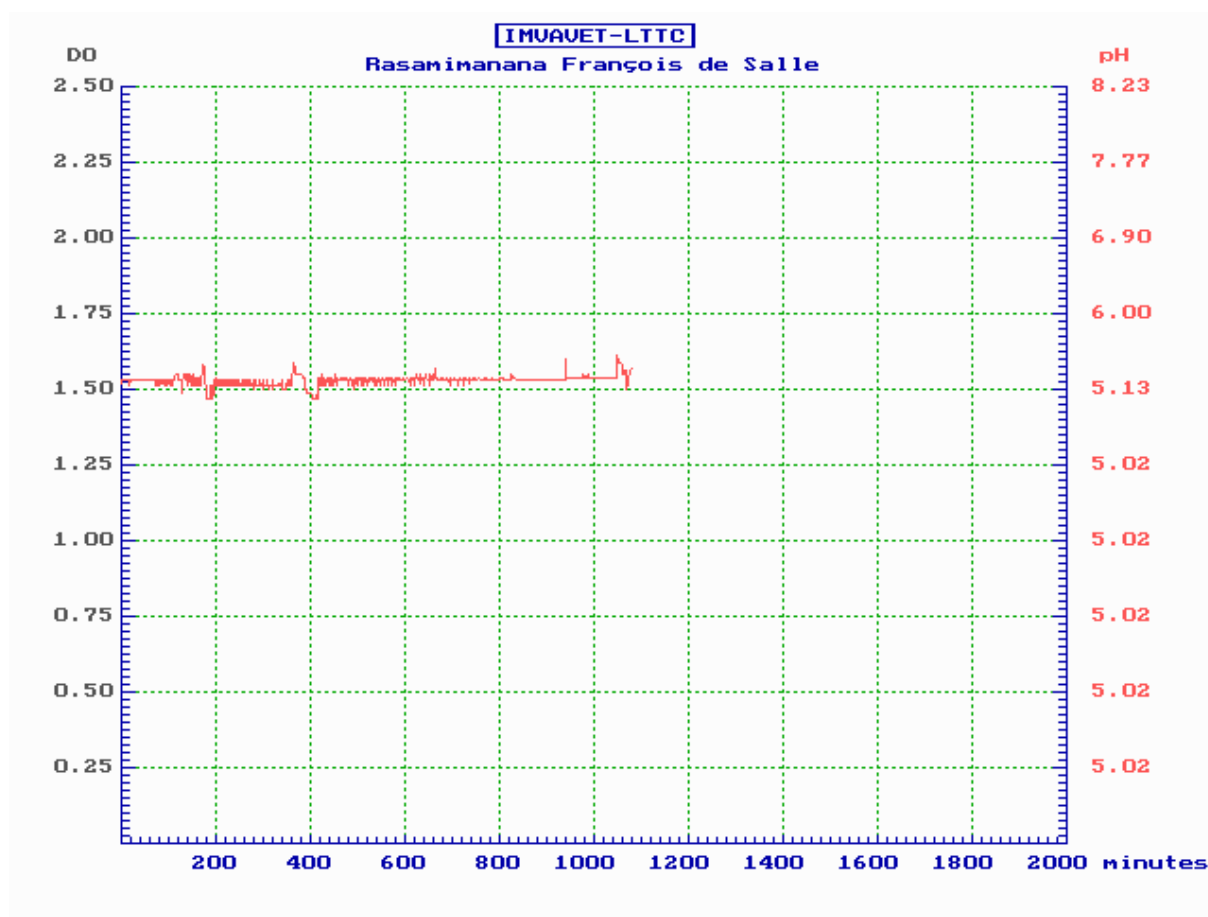


Figure V-III-7 Souche de code BA0204

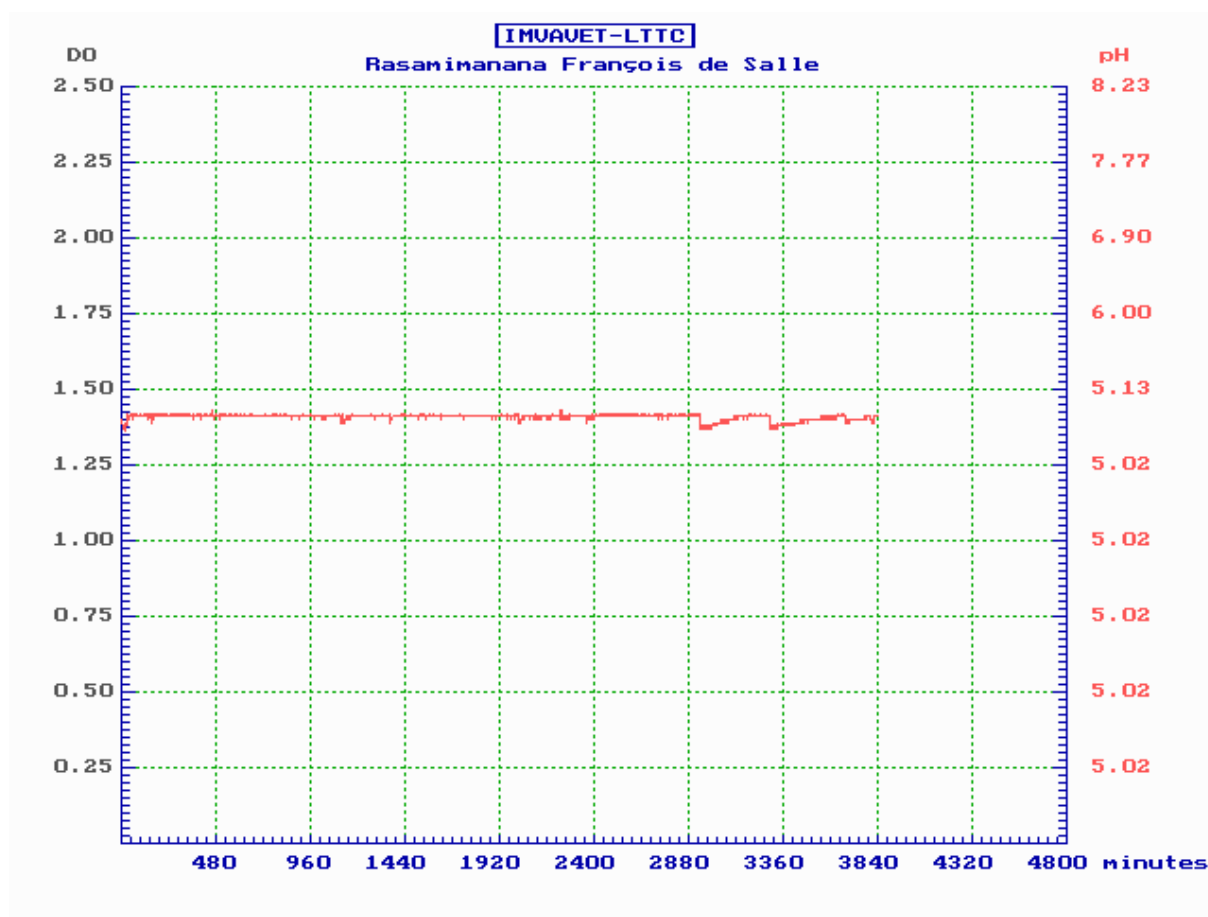


Figure V-III-8 Souche de code BA0303C6

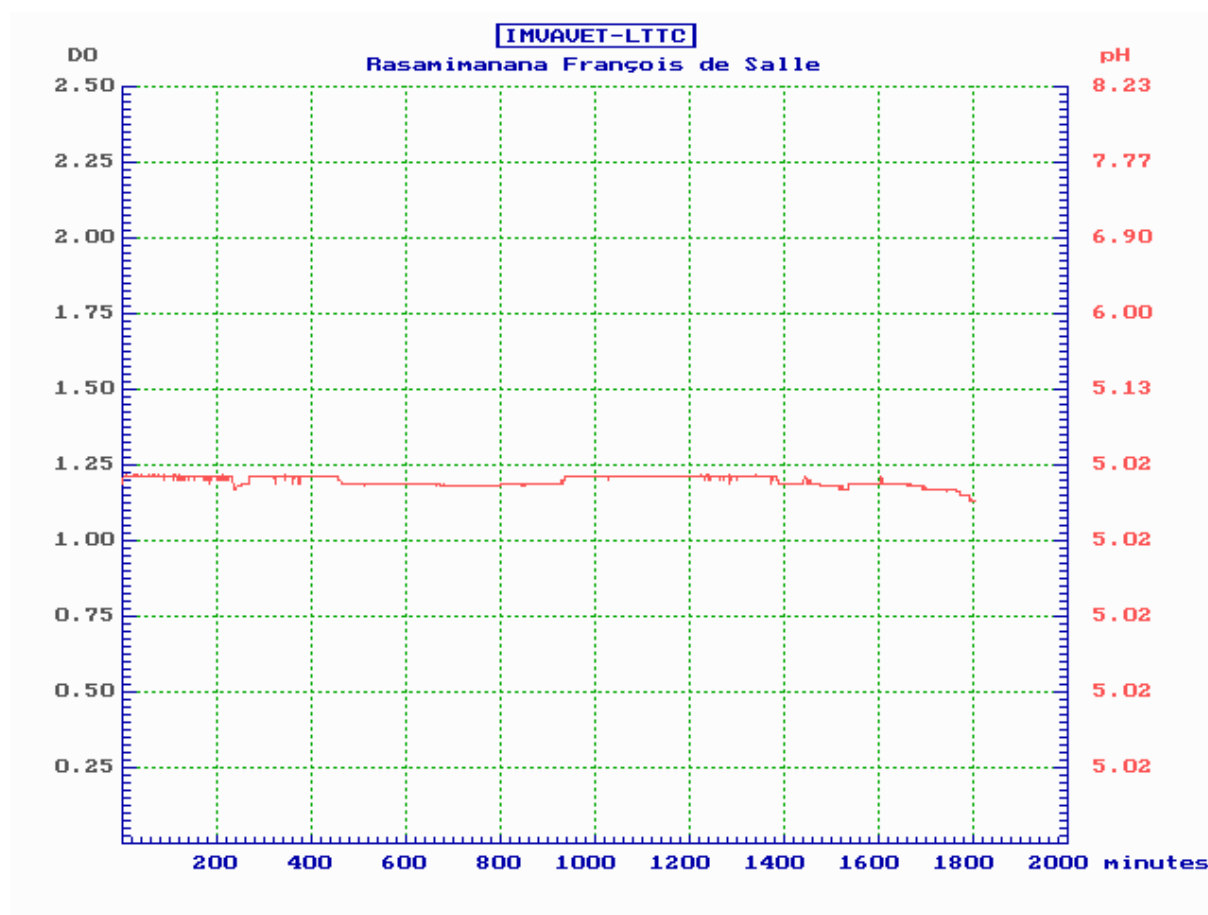


Figure V-III-9 Souche de code BA0404S6

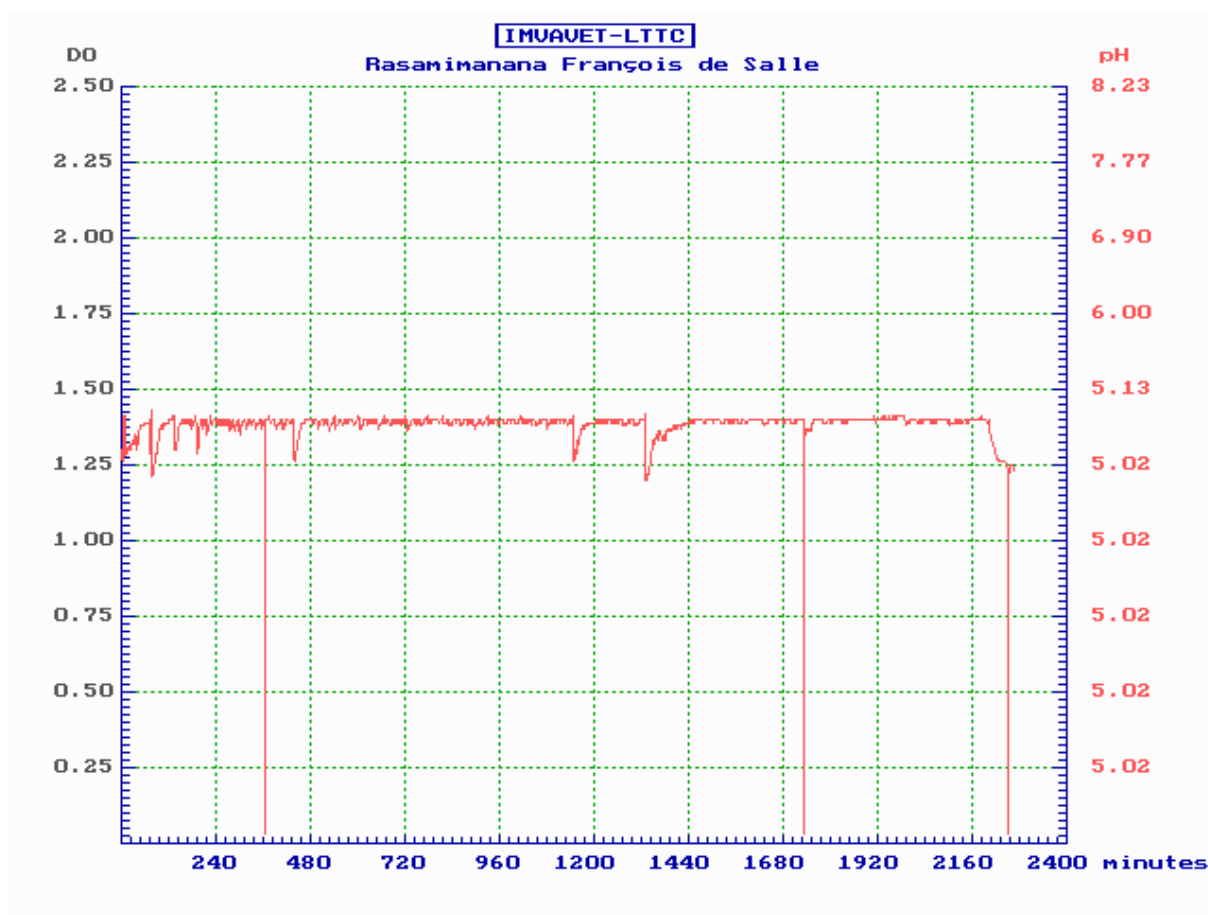


Figure V-III-10 Souche de code BA0503S

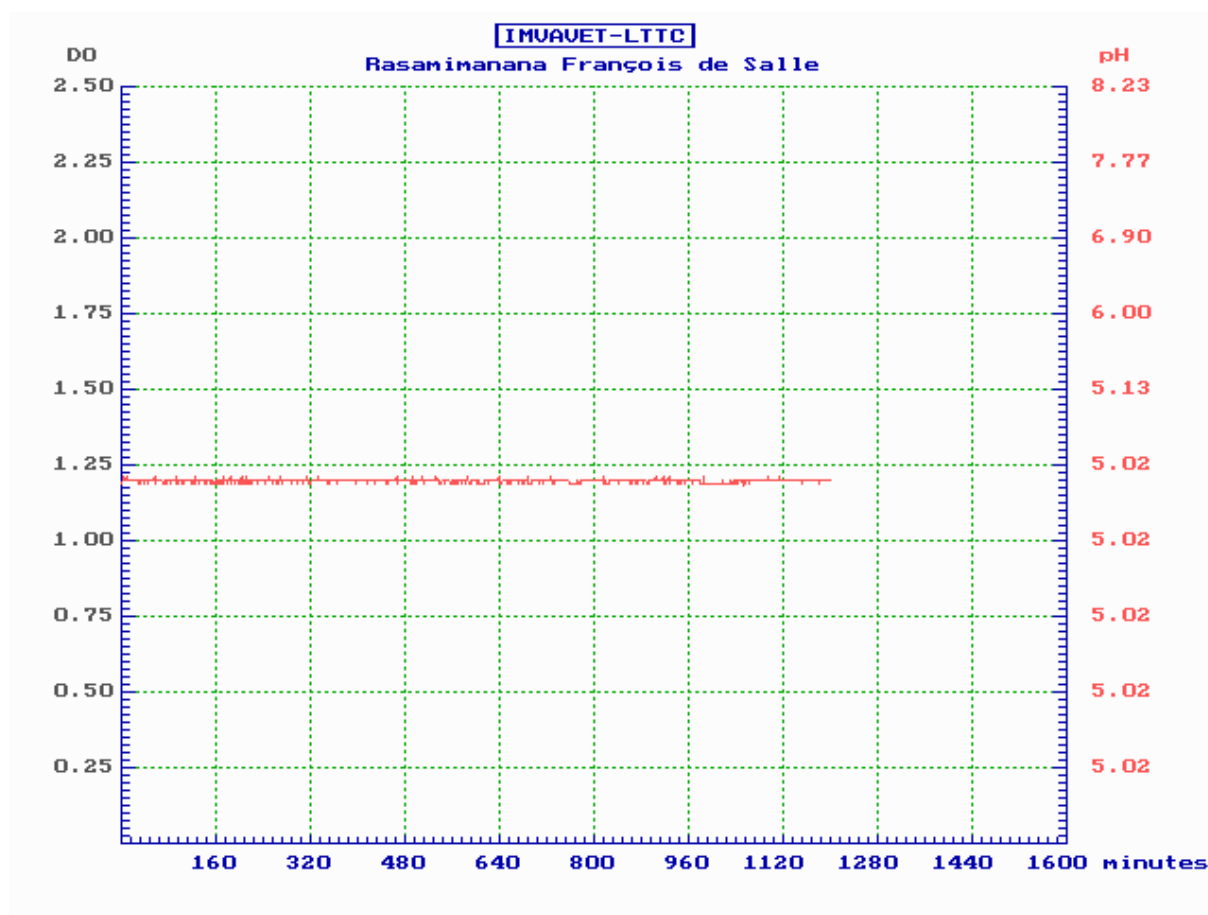


Figure V-III-11 Souche de code BA0604S2

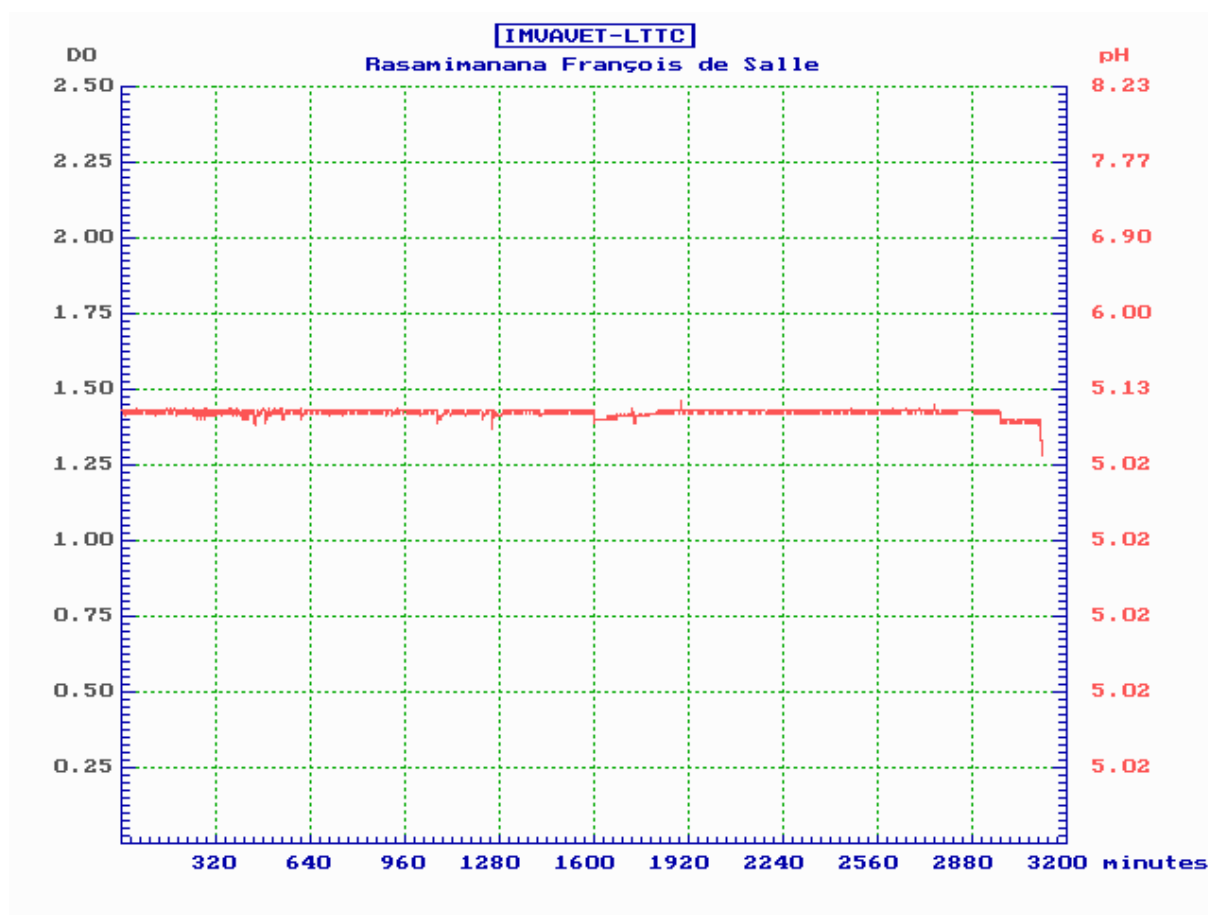


Figure V-III-12 Souche de code BA13S4

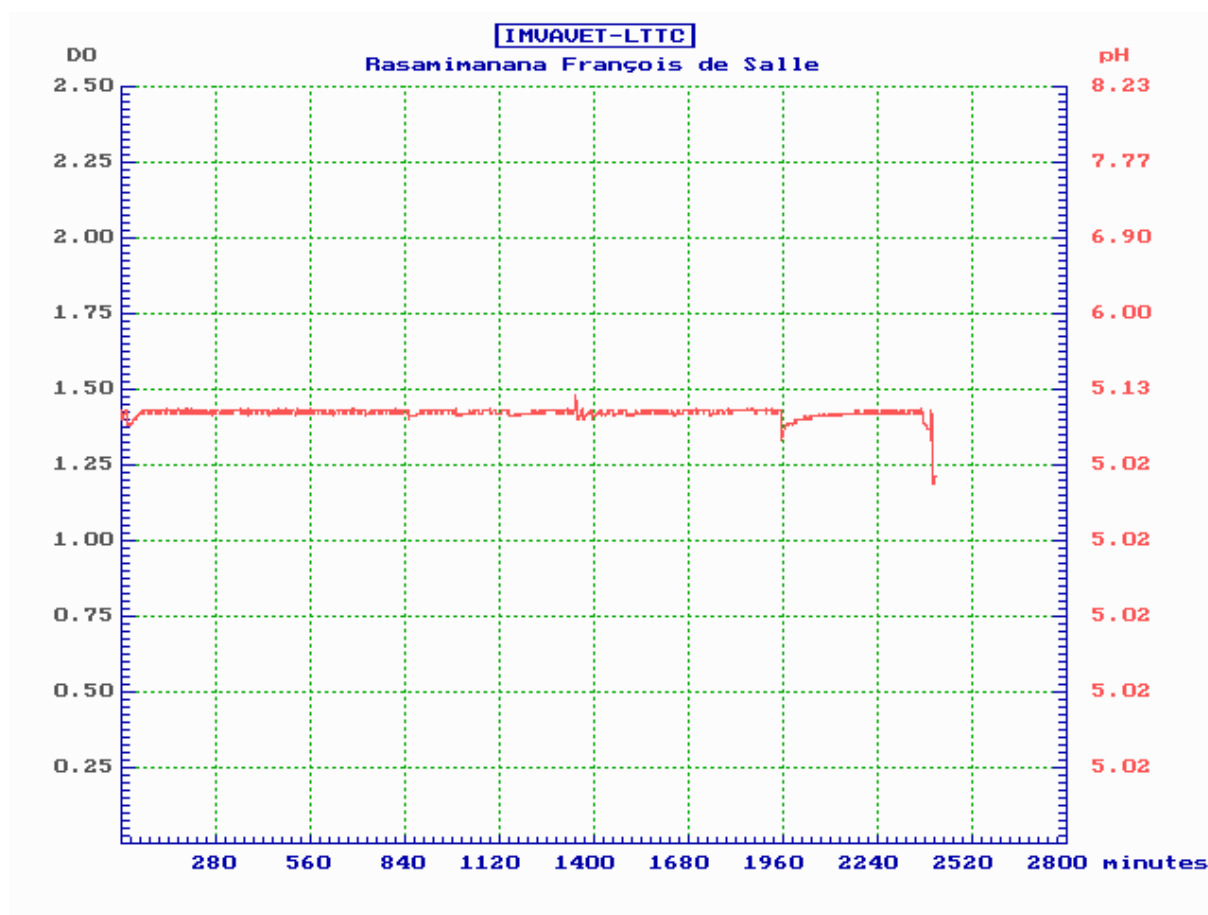


Figure V-III-13 Souche de code BA1503S3

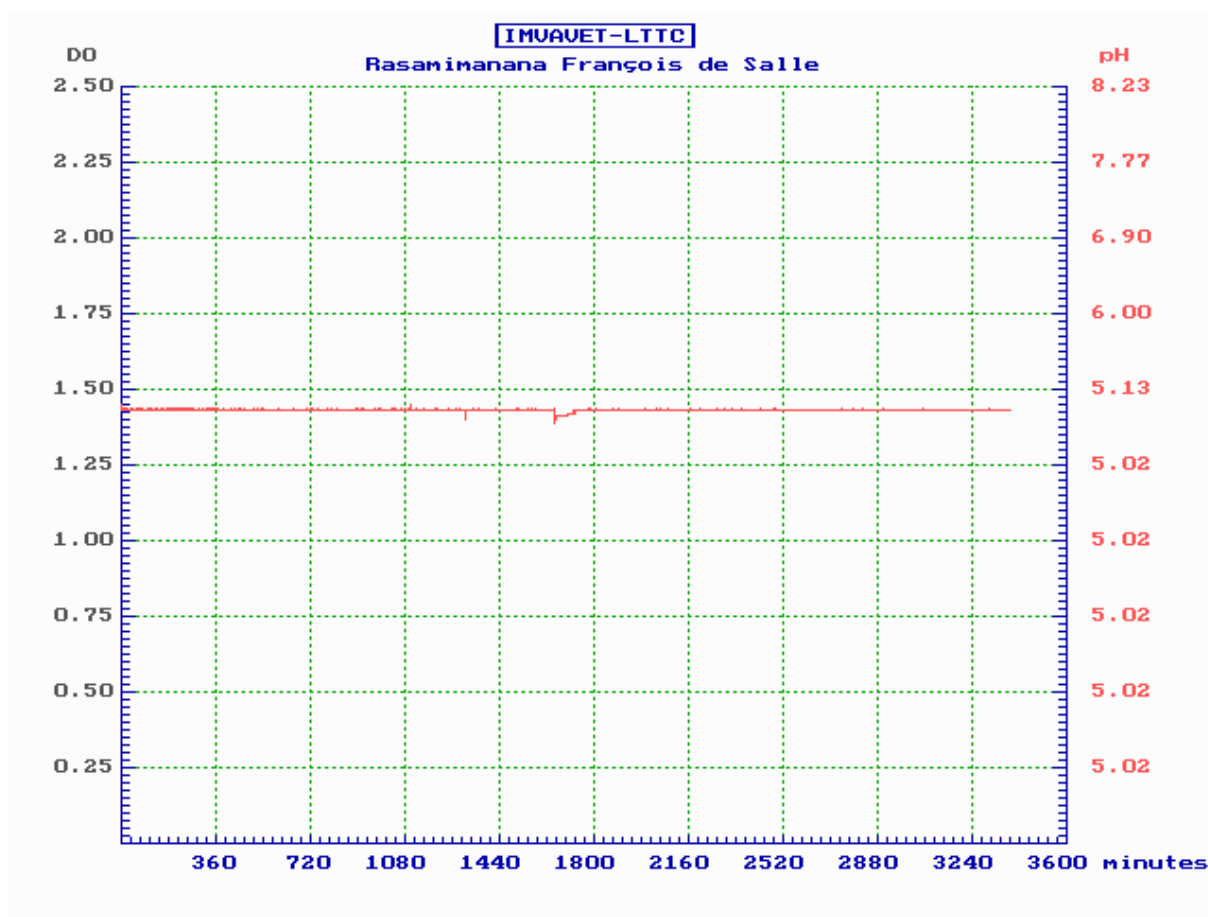


Figure V-III-14 Souche de code BA16C2

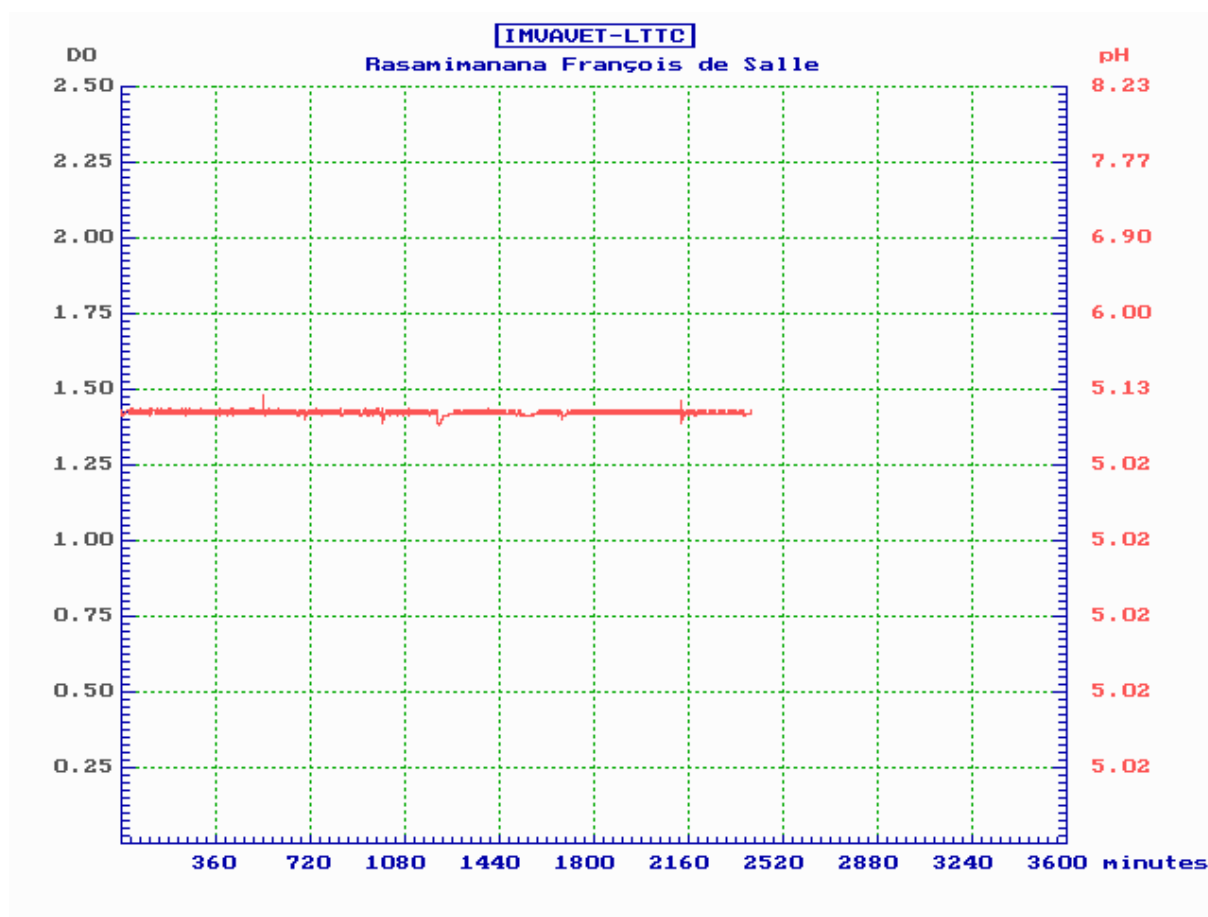


Figure V-III-15 Souche de code BA1703S4

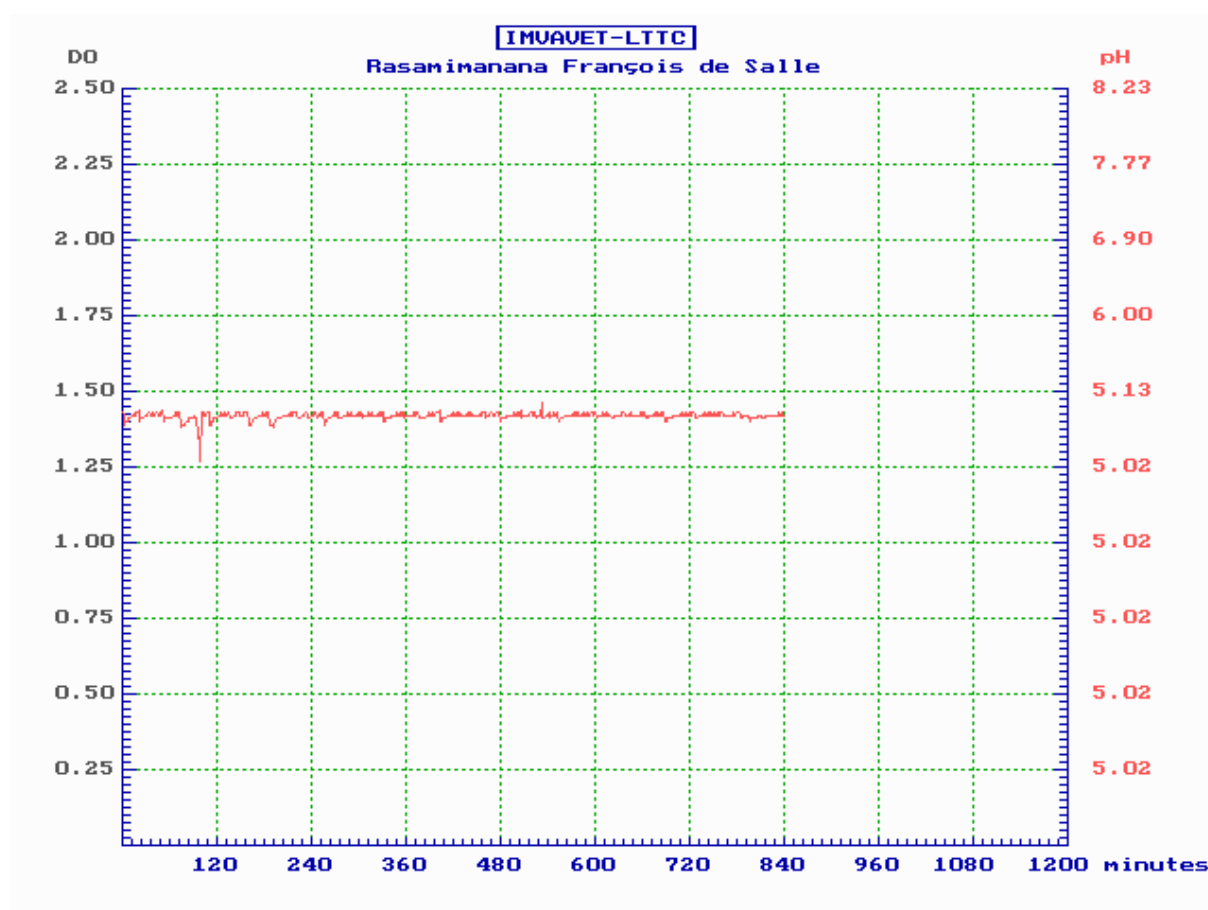


Figure V-III-16 Souche de code BA1903S2

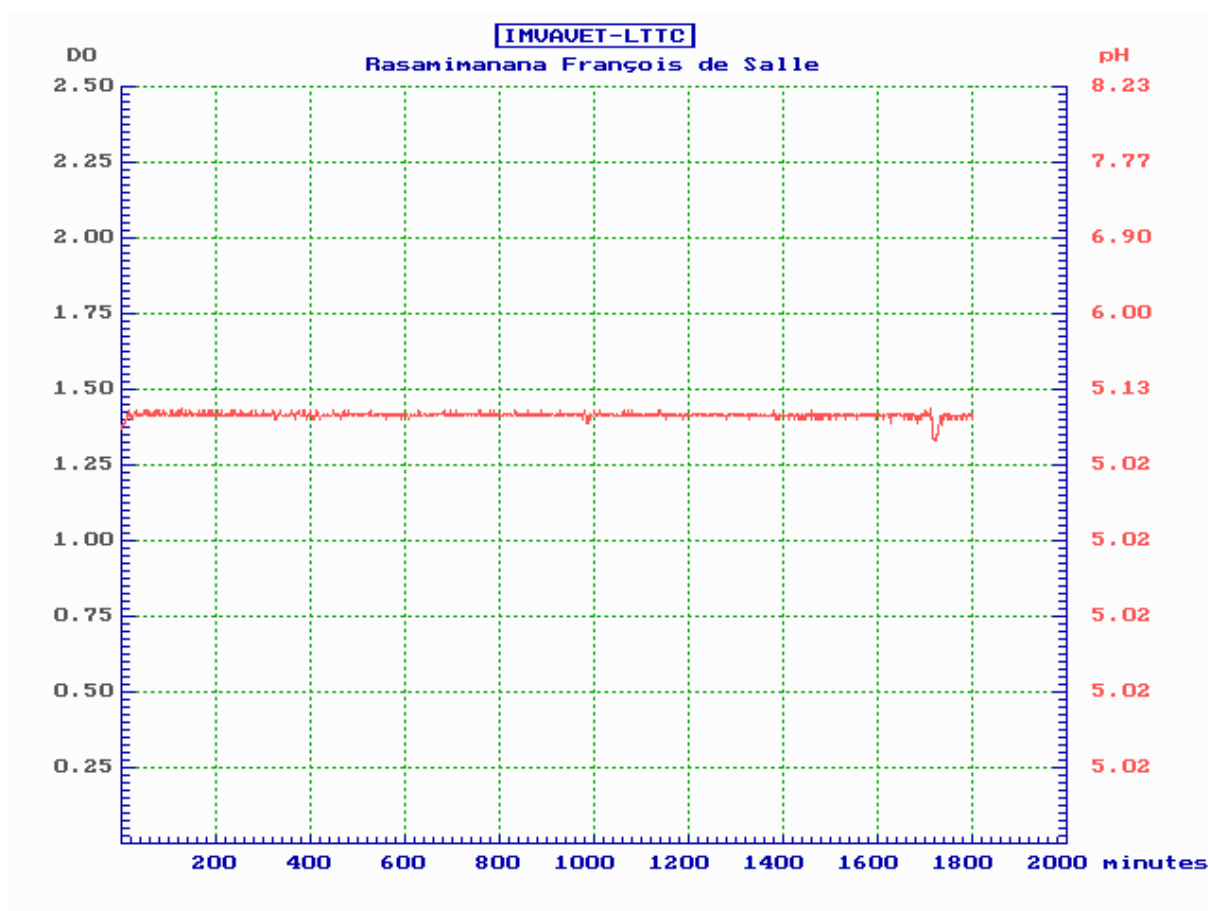


Figure V-III-17 Souche de code BA22S5

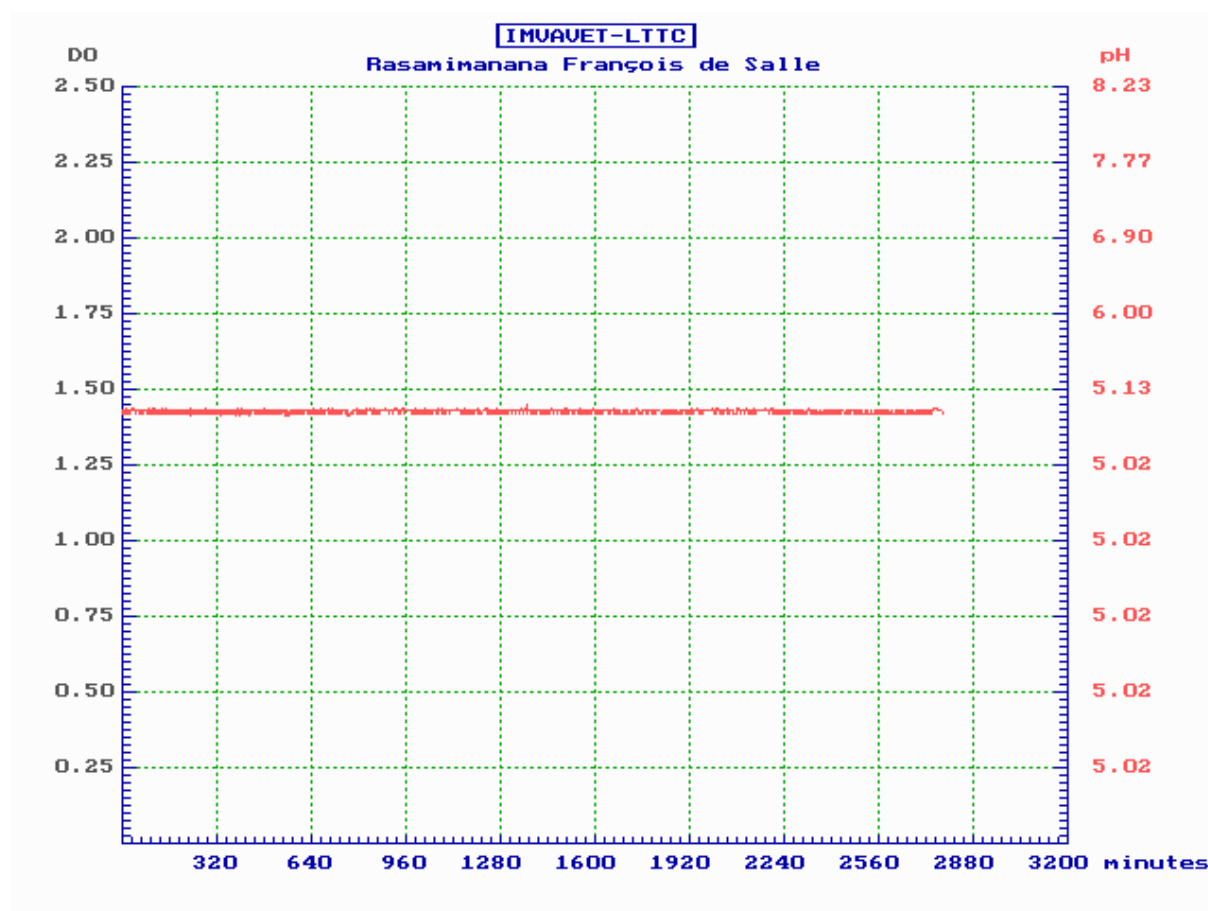


Figure V-III-18 Souche de code BAE1403

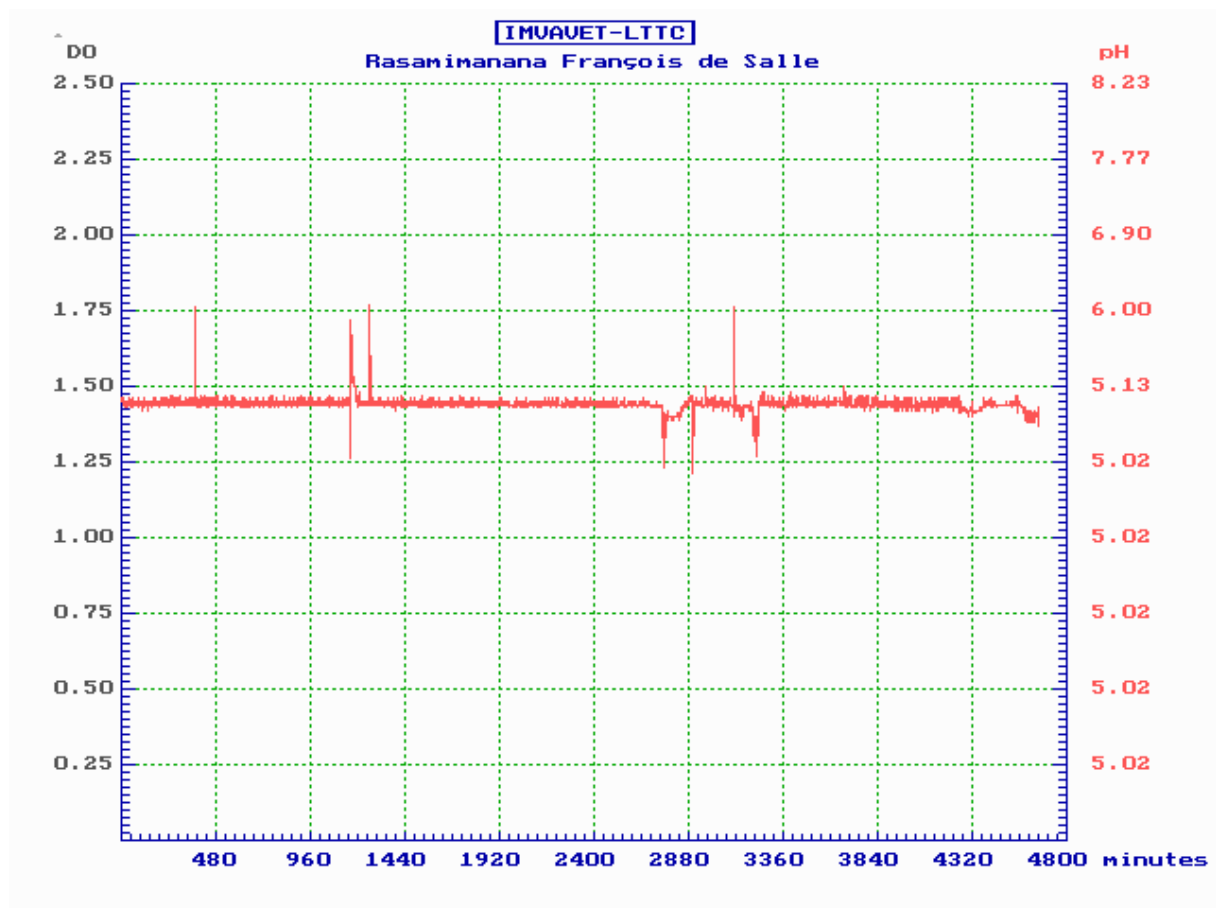


Figure V-III-19 Souche de code BASP3

CONCLUSION

L'objectif fixé au départ de ce travail fut de contribuer à la réalisation d'instruments permettant la libération du chercheur de certaines opérations de routines : mesure, suivi ou contrôle. Son but fut de concevoir puis de réaliser un système de mesure continue (on line), automatisé et doté de capteurs directement implantés dans le milieu, sans aucun recours à l'échantillonnage. Nous nous sommes proposés d'étudier un système de régulation de la température, de réaliser l'interfaçage électronique de mesure puis d'élaborer des programmes de pilotage pour l'acquisition et le traitement des données.

En toute sincérité, nous pouvons dire que l'objectif fixé au début n'est pas atteint dans sa totalité. Il reste encore beaucoup à faire et à perfectionner. Mais les résultats obtenus nous ont encouragés et nous ont poussé à aller d'avantage vers l'avant.

En effet, en plus des améliorations que ces montages ont apportées sur la productivité et qualité de produits dans les exploitations industrielles, ils nous ont également bien servi au laboratoire LTTC pour les travaux de recherche. Ils nous ont beaucoup aidé sur la confrontation des résultats théoriques de modélisation à celles des données obtenues expérimentalement, comme le cas de transfert thermique à l'intérieur d'une enceinte. Ils nous ont permis d'assurer la régulation et le suivi de l'évolution de certains paramètres comme la température, la croissance de microorganisme dans une culture de spiruline, ou le contrôle de la température dans un biodigester pour la production de biogaz. En bref, ils ont beaucoup aidé nos chercheurs dans leurs travaux de recherche.

Les dispositifs électroniques et outils informatiques, élaborés au cours de ce travail, sont conçus pour la biotechnologie où l'évolution des paramètres s'effectue d'une manière plus lente. Mais les acquis et le progrès de la microélectronique, comme les PIC et microcontrôleurs, raniment à nouveau les enthousiasmes et les élans vers d'autres domaines à évolution plus rapide.

ANNEXE A

A-I.1 Résolution de conversion numérique et précision de mesure d'une grandeur analogique x

La résolution exprime le rapport de la valeur réelle analogique d'une grandeur x appliquée à l'entrée d'un CAN, sur la valeur de son code numérique. Elle est égale à :

$$r = \frac{x}{N} \quad \text{où } N \text{ est le code correspondant à } x.$$

Elle caractérise la quantification de la valeur analogique. C'est à dire la variation de la valeur analogique représentée par un saut d'une unité de code numérique.

Il est à noter que la résolution et la précision sont deux notions différentes mais très souvent liées. La précision concerne toute la chaîne de mesure alors que la résolution ne caractérise que la conversion directe de l'interface.

Une bonne résolution de mesure correspond à une faible valeur réelle représentée par une unité de code. Plus le nombre de codes est élevé, c'est à dire le nombre avec lequel on a subdivisé la valeur analogique réelle d'une grandeur, plus la résolution de sa conversion est meilleure.

A-II-1 Relation entre potentiel d'électrode et concentrations des formes oxydés et réduites

On note par ϕ_{elcd} le potentiel d'électrode et par ϕ_{sol} celui de la solution.

En considérant la variation de l'enthalpie libre G de la demi réaction



lors d'une transformation équilibrée à pression et température constantes, on a :

$$dG = dW_{\text{chim}} + dW_{\text{elec}} = (\mu_{\text{ox}} dN_{\text{ox}} + \mu_{\text{red}} dN_{\text{red}}) + (\phi_{\text{elcd}} dq_{\text{elcd}} + \phi_{\text{sol}} dq_{\text{sol}}) \quad (\text{A-II-1 2})$$

où : μ_{ox} et μ_{red} représentent l'énergie de formation d'une mole respectivement de la forme oxydée et de la forme réduite ;

N exprime le nombre de moles de la forme considérée ;

ϕ caractérise l'énergie d'apparition d'une charge $+1$ au point considéré de potentiel électrique ϕ ;

q exprime la charge portée par l'électrode ou la solution.

Par le principe de la conservation de masse et de charge on a :

$$N_{\text{ox}} + N_{\text{red}} = \text{const}$$

$$q_{\text{elcd}} + q_{\text{sol}} = \text{const}$$

ce qui donne

$$dN_{\text{ox}} = -dN_{\text{red}}$$

$$dq_{\text{elcd}} = -dq_{\text{sol}}$$

Lors d'une oxydation l'expression (A-II-1 2) devient alors :

$$dG = (\mu_{\text{ox}} - \mu_{\text{red}}) dN_{\text{ox}} + (\phi_{\text{elcd}} - \phi_{\text{sol}}) dq_{\text{elcd}} \quad (\text{A-II-1 3})$$

or N_{ox} et q_{elcd} sont liés d'après la réaction (A-II-1 1) par la relation $q_{\text{elcd}} = -nFN_{\text{ox}}$.
(où F représente la charge d'un électron gramme.)

En effet une oxydation d'une mole de **red** de la solution correspond à un gain de **n** électron-grammes pour l'électrode. Ce qui donne finalement la relation :

$$dG = [(\mu_{ox} - \mu_{red}) - nF(\phi_{elcd} - \phi_{sol})] dN_{ox} \quad (A-II-14)$$

Et à l'équilibre $dG = 0$ quelque soit dN_{ox} , donc

$$nF(\phi_{elcd} - \phi_{sol}) = (\mu_{ox} - \mu_{red}) \quad (A-II-15)$$

En posant $\phi = E = (\phi_{elcd} - \phi_{sol})$ le potentiel d'électrode par rapport à celui de la solution on a :

$$nF\phi = \mu_{ox}^\circ - \mu_{red}^\circ + RT.Ln \frac{[ox]}{[oy]} = \Delta G^\circ + RT.Ln \frac{[ox]}{[oy]}$$

d'où la Formule de Nernst qui définit le potentiel redox en fonction des concentrations :

$$\phi = \frac{\Delta G^\circ}{nF} + \frac{RT}{nF}.Ln \frac{[ox]}{[oy]} = \phi^\circ + \frac{RT}{nF}.Ln \frac{[ox]}{[oy]} \quad (A-II-16)$$

A-II-2 Influence du phénomène de transport de matière – Limitation de vitesse de réaction électrochimique [9]

On distingue trois modes de transport de matière :

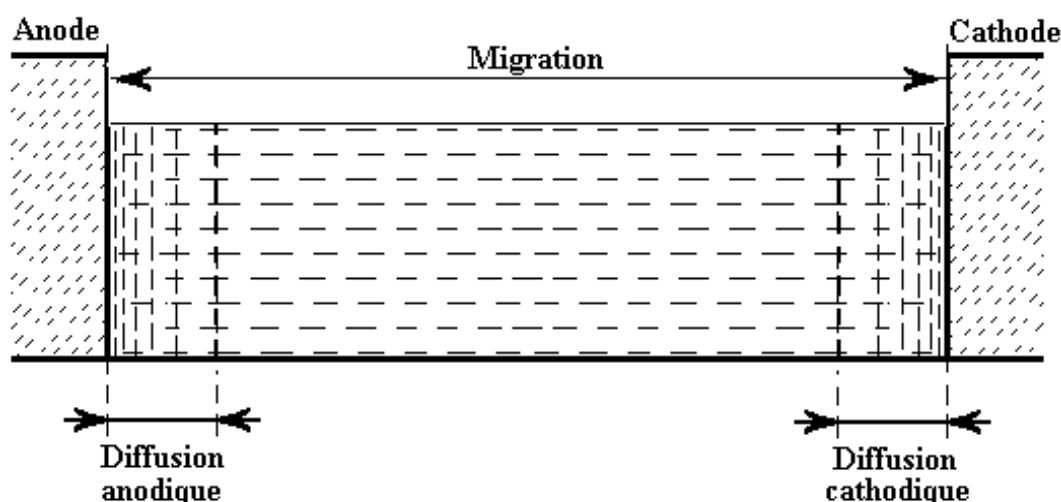
- **par convection** : c'est un type de déplacement de corps lié par entraînement au mouvement du liquide. Ce mouvement de liquide n'est pas d'origine électrochimique mais d'origine plutôt mécanique (agitation, vibration) ou thermique (différence de température, de densité) ...
- **par migration** : c'est le type de déplacement des corps seulement chargés, lié à la force d'un champ électrique régnant au sein de la solution. Le courant électrique lié à ce transport d'ions est constant dans tout le circuit de l'électrolyse, il s'échange au même moment le même nombre de charge électrique à la surface de chaque électrode.
- **par diffusion** : c'est le type de transport dû au gradient de concentration. Au début de l'électrolyse, la solution a une concentration homogène, et quand on y plonge une électrode, elle prend un potentiel d'équilibre ϕ selon l'équation de Nernst. Lorsqu'on impose un autre potentiel ϕ' à l'électrode, la substance électroactive s'oxyde ou se réduit, selon sa nature, à la surface de l'électrode. Cette réaction provoque un courant d'électrolyse et modifie les concentrations des corps électroactifs pour rétablir un nouvel état d'équilibre. Contrairement à la migration qui a son siège dans toute la solution, la diffusion a lieu dans une mince couche autour de l'électrode.

Si le mode de transport par convection est négligeable ou éliminé par une forte agitation, alors le courant d'électrolyse est composé du courant de migration et du courant de diffusion. Le courant enregistré I est la somme algébrique de ces deux courants :

$$I = I_d + I_m$$

(A-II-2 1)

Si le courant de diffusion ne concerne que les corps électroactifs, le courant de migration par contre touche tous les corps chargés, électroactifs ou électrolytes indifférents. Les électrolytes indifférents sont les ions qui, dans les conditions de l'électrolyse, ne sont pas électroactifs et ne participent pas aux réactions ni d'oxydation ni de réduction. Les électrolytes indifférents ne peuvent ni céder ni capter des électrons à l'électrode. Leurs concentrations ne se modifient pas aux voisinages des électrodes et restent homogènes dans toute la solution. Mais ils entrent en compétition avec les électroactifs dans le phénomène de transport par migration. Leur présence dans la solution conditionne le transport par migration des corps électroactifs.



Pour évaluer le transport d'ions par migration, on se sert du « nombre de transport » de chaque ion. C'est un nombre qui caractérise la contribution du corps chargé donné au courant de migration. Il est noté par t .

« La migration des ions, qui correspond à leur déplacement sous l'action du champ électrique est fonction de leur nombre de transport : ce nombre de transport représente la fraction de courant transporté par l'ion considéré. » [9 p.155]

$$t_A = \frac{u_A z_A c_A}{\sum u z c} \quad (\text{A-II-2 } 2)$$

où **A** représente l'ion considéré
z est la charge portée par l'ion
u la mobilité de l'ion
c la concentration de l'ion

Etant donné que le courant de diffusion se limite au voisinage de l'électrode, c'est le courant de migration qui assure la continuité du courant d'électrolyse **I** à travers toute la solution, en particulier entre les deux couches anodique et cathodique de diffusion. Le courant d'électrolyse est ainsi égal au courant total de migration qui est la superposition du courant **I_m** de migration de tous les ions électroactifs et de celui **I'** d'ions indifférents :

$$I = I_m + I' \quad (\text{A-II-2 } 3)$$

Puisque les ions électroactifs assurent en totalité le courant de diffusion I_d et en même temps participent au courant de migration auquel on connaît leur taux de participation, alors le courant total d'électrolyse I enregistré peut être exprimé à travers le courant de diffusion et les nombres de transport des ions qui participent à la réaction.

On va analyser les courants de diffusion et de migration d'un ion électroactif A , portant une charge z_A , en fixant comme sens positif des courants le sens du courant total d'électrolyse I .

On note par I_{dA} , I_{mA} et I_A respectivement les courants dus aux transports de l'ion A par diffusion, par migration, et le courant résultant de réaction. Tous ces trois sont présents dans la couche de diffusion et on a la relation algébrique suivante :

$$I_A = I_{dA} + I_{mA} \quad (\text{A-II-2 } 4)$$

La réaction électrochimique, $Ox + ne \rightarrow Red$, impose à tous électroactifs, ion ou corps neutre, le sens de leur déplacement par diffusion selon leur rôle, oxydant ou réducteur et indépendamment de leur charge électrique z_A . C'est cette réaction qui détermine le sens du courant électrique de réaction I_A du corps A , qui est également le sens du courant de diffusion I_{dA} . Quant au sens du courant de migration I_{mA} , il est défini par le champ électrique et la charge portée par l'ion A . Le sens de ce courant, qui est le sens du courant total d'électrolyse I , dépend donc de la polarisation de la tension électrique appliquée aux électrodes indépendamment du rôle joué par l'ion dans la réaction. Ce courant I_{mA} est lié directement à I par la relation :

$$I_{mA} = t_A I \quad (\text{A-II-2 } 4')$$

Si la diffusion, due aux concentrations résultant de la réaction, crée du courant I_{dA} dans le même sens que I , alors on aura :

$$|I_A| = |I_{dA}| + I_{mA} \quad (\text{A-II-2 } 5)$$

Par contre si I_{dA} et I sont de sens opposée alors on aura :

$$-|I_A| = -|I_{dA}| + I_{mA} \quad (\text{A-II-2 } 6)$$

En groupant ces deux dernières équations on peut écrire :

$$|I_A| = |I_{dA}| \pm I_{mA} \quad (\text{A-II-2 } 7)$$

Le signe plus correspond aux courants de diffusion et de migration de même sens, et le signe moins dans le cas contraire.

En ce qui concerne l'intensité du courant I_A , elle ne peut pas être arbitraire mais dictée par l'équation de la réaction électrochimique et le courant total d'électrolyse. Pour simplifier le raisonnement, on suppose que l'ion A est un oxydant. D'après l'équation $Ox + ne \rightarrow Red$, la réduction d'un ion-gramme de A nécessite une charge électrique nF transportée par le courant total I . Le déplacement d'un ion-gramme de A correspond à

un transport de charge électrique $z_A F$ effectué sous forme de courant I_A . Ce qui permet d'écrire :

$$|I_A| = \left| \frac{z_A}{n} \right| I \quad (\text{A-II-2 8})$$

où n est le nombre d'électrons mis en jeu dans la réaction $\text{Ox} + n\text{e} \rightarrow \text{Red}$

Réécrivant l'équation (A-II-2 7), en remplaçant I_A et I_{mA} par leur valeur dans (A-II-2 4') et (A-II-2 8) on a :

$$\frac{|z_A|}{n} I = |I_{dA}| \pm t_A I \quad (\text{A-II-2 9})$$

De cette dernière équation on peut exprimer finalement I_{dA} en fonction de I ou I_A :

$$|I_{dA}| = \left(\frac{|z_A|}{n} \mp t_A \right) I = \left(1 \mp \frac{n}{|z_A|} t_A \right) I_A \quad (\text{A-II-2 10})$$

Compte tenu de l'équation (A-II-2 7), cette dernière équation montre que

$$I_{mA} = \frac{n}{|z_A|} t_A I_A \quad (\text{A-II-2 11})$$

C'est à dire que le courant de migration d'un ion électroactif devient négligeable par rapport à son courant de diffusion si son nombre de transport t est assez faible. Dans la pratique cette condition est satisfaite si la concentration d'ion indifférent est très élevée. Puisque le courant mesuré est le courant d'électrolyse I , et non le courant de diffusion qui traduit la réaction chimique, alors l'erreur commise en interprétant le courant I comme celui de la réaction est minime si t est négligeable.

A-II-3 Influence du phénomène de transport de matière- Limitation de vitesse de réaction électrochimique

A-II-3.1 Modes de transport de matière et courant d'électrolyse

Il existe trois modes de transport de matière, par convection, par migration et par diffusion

D'une part, à la suite d'une réaction électrochimique la concentration à la surface de l'électrode des corps électroactifs, chargés ou non, se modifie, ce qui crée un gradient de concentration provoquant une diffusion des corps consommés vers l'électrode ou une diffusion en sens inverse pour les corps formés. D'autre part, tout champ électrique dû au potentiel imposé à l'électrode entraîne un mouvement (migration) de corps chargés dont la vitesse de déplacement dépend des caractéristiques électriques de ces ions : mobilité et charge.

A-II-3 2 Limitation de la vitesse de réaction

Le courant d'électrolyse doit rester constant dans tout le circuit électrique, en particulier dans la solution, qu'on soit dans une zone de diffusion ou de migration. (Voir Annexe A, paragraphe A-II-2).

Au sein de la solution

Tous les ions électroactifs et indifférents, par leur mouvement dû au champ électrique, participent au transfert de charge constituant le courant total de migration :

$$\mathbf{I} = \mathbf{I_m} + \mathbf{I'}$$

Où $\mathbf{I_m}$ et $\mathbf{I'}$ représentent respectivement les courants de migration des ions électroactifs et des ions indifférents.

Au voisinage des électrodes

Le courant électrique est dû premièrement à la migration des ions électroactifs et deuxièmement au mouvement de ces ions, résultant de leur diffusion due au gradient de concentration. Ce gradient est entretenu par la réaction électrochimique à la surface de l'électrode :

$$\mathbf{I} = \mathbf{I_m} + \mathbf{I_d} \quad \text{où } \mathbf{I_d} \text{ est le courant de diffusion des électroactifs.}$$

Au contact de l'électrode il ne peut exister de courant électrique dû aux électrolytes indifférents, car ils ne participent pas aux échanges d'électrons. Ainsi la continuité du courant d'électrolyse dans tout le circuit entraîne l'égalité suivante :

$$\mathbf{I} = \mathbf{I_m} + \mathbf{I'} = \mathbf{I_m} + \mathbf{I_d}$$

ce qui entraîne l'égalité suivante :

$$\mathbf{I'} = \mathbf{I_d}$$

Le courant de migration $\mathbf{I'}$ de tous les ions indifférents est égal au courant total de diffusion $\mathbf{I_d}$ des ions électroactifs.

Si la concentration des électrolytes indifférents est très élevée par rapport à celle des ions électroactifs, alors le courant total de migration $\mathbf{I_m} + \mathbf{I'}$ est dominé par $\mathbf{I'}$ celui des indifférents. Au voisinage de l'électrode, le courant de migration $\mathbf{I_m}$ des électroactifs est négligeable. Le courant total d'électrolyse \mathbf{I} est approximativement égal au courant de diffusion $\mathbf{I_d}$.

C'est pourquoi dans le cas d'un excès d'électrolytes indifférents, $\mathbf{I} \cong \mathbf{I_d}$, la diffusion devient un facteur limitant de la vitesse de la réaction électrochimique.

« On voit que le courant de diffusion, donc le courant d'électrolyse dans les conditions adoptées (cas d'un excès d'électrolyte indifférent), tend vers une limite... courant limite de diffusion ». [7 p.232]

A-II-3 3 Courant limite de diffusion et Loi de Fick

Lorsque le potentiel appliqué à l'électrode est suffisamment éloigné de celui de l'équilibre, on atteint une intensité limite de courant soit d'oxydation si ϕ est supérieur à ϕ_s , soit de réduction si ϕ est inférieur à ϕ_s . Ce courant de saturation est dû à l'insuffisance de l'apport en substance réagissante de forme **ox** ou **red** au voisinage immédiat de l'électrode. A la saturation la concentration de la substance à transformer s'annule au contact de l'électrode quand son flux vers la surface n'arrive plus à compenser sa disparition, due à la réaction. C'est la vitesse de transfert de matière qui limite la vitesse de la réaction malgré une différence de potentiel ($\phi - \phi_s$) suffisamment élevée.

D'après la loi de Fick, le flux de matière $\mathbf{J_m}$ à travers une surface \mathbf{S} est donné par:

$$\mathbf{J_m} = \mathbf{S.D.grad(c)} \quad \text{où } \mathbf{c} \text{ est la concentration, et } \mathbf{D} \text{ la diffusivité.}$$

Or le courant électrique \mathbf{I} et le flux de matière $\mathbf{J_m}$ sont liés par :

$$I = Q_0 J_m$$

où $Q_0 = nF$ est la charge électrique échangée par un ion-gramme de Red ou Ox.

Le courant de diffusion est alors:

$$I_d = nFSD \text{grad}(c) = nF\alpha(C_s - C_{el}) \quad \text{en valeur absolue,}$$

où C_{el} est la concentration à l'électrode, qui s'annule à la saturation

C_s est la concentration au sein de la solution

α est un coefficient égal à SD/d , d exprimant la distance équivalente de chute de concentration.

En posant $k = \pm\alpha F$ on obtient la relation générale :

$$I_d = n.k.(C_s - C_{el})$$

Conformément à la convention de signe, le coefficient $k = \pm\alpha F$ est positif pour une oxydation (courant anodique) et il est négatif pour une réduction (courant cathodique).

A la saturation $C_{el} = 0$ donc le courant de diffusion à la saturation est :

$$I_s = nkC_s$$

L'intensité du courant de saturation étant proportionnelle à la concentration C_s au sein de la solution, il peut donc servir d'indicateur à cette concentration C_s . Ce courant de saturation ne peut pas être nul bien que la concentration à l'électrode C_{el} soit nulle.

"Le maintien de courant non nul est assuré par le transport de matière"

[9 p.231]

Si ce transport fait défaut pour une raison quelconque, alors le courant s'annulera dès que les concentrations à la surface de l'électrode vérifieront l'équation de Nernst pour le potentiel imposé ϕ différent de ϕ_s . Grâce aux différents modes de transport de matière, migration, diffusion ou convection, les conditions initiales de concentration au voisinage de l'électrode tendent à se rétablir et le courant décroît beaucoup moins vite.

Pour le cas d'une réaction chimique simple $Ox + ne \leftrightarrow Red$, en présence d'électrolyte indifférent, le courant I d'électrolyse, égal au courant de diffusion, est:

$$I = +n.k([Red]_s - [Red]_{el}) \quad \text{pour le courant anodique}$$

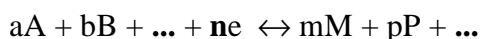
$$I = -n.k([Ox]_s - [Ox]_{el}) \quad \text{pour le courant cathodique}$$

Le courant de diffusion anodique étant un courant d'oxydation, il ne peut dépendre que de l'échange de charge entre l'électrode et la forme réduite **Red** à oxyder. C'est pourquoi ce courant n'implique que la diffusion de la forme **Red** uniquement. Ainsi son expression ne comporte que les concentrations $[Red]_s$ et $[Red]_{el}$. Il en est de même pour l'expression du courant cathodique de réduction, où on ne voit figurer que les concentrations de la forme **Ox** seulement.

L'annexe II-3 nous donne l'expression du courant d'électrolyse dans le cas général d'une réaction électrochimique qui fait intervenir plusieurs corps,

A-II-4 L'expression du courant I d'électrolyse dans le cas général

Dans le cas général d'une réaction électrochimique qui fait intervenir plusieurs corps,



on peut écrire que

$$I = -nk_A([A]_s - [A]_{el}) = -n k_B([B]_s - [B]_{el}) = \dots = +nk_M([M]_s - [M]_{el}) = +nk_P([P]_s - [P]_{el}) = \dots$$

$$\text{Où } k_A = \frac{\alpha_A}{a} F; \quad k_B = \frac{\alpha_B}{b} F; \dots$$

Le coefficient k_x est inversement proportionnel au coefficient stœchiométrique du corps **X**. Plus le coefficient stœchiométrique est élevé, plus le courant correspondant à la transformation d'une mole de ce corps est faible.

Le corps qui annule sa concentration à l'électrode devient le facteur limitant du courant de réaction. En effet la réaction n'a pas lieu si les réactifs A, B... existent ou arrivent à l'électrode simultanément en proportion, conformément à la formule de la réaction.

A-II-5 L'expression du Potentiel de demi vague

On considère le courant de réaction provoqué par le potentiel d'électrode imposé à un système simple Ox/Red avec électrolyte indifférent en excès. On suppose que le système est rapide, c'est à dire où l'oxydation de la forme réduite et la réduction de la forme oxydée s'effectuent en même temps.

$$\text{Pour l'oxydation: } I = +n.k([Red]_s - [Red]_{el}) \quad (\text{A-II-5 1})$$

A la sturation: $[Red]_{el} = 0 \Rightarrow$ le courant anodique de saturation

$$I_a = nk[Red]_s \quad (\text{A-II-5 2})$$

$$\text{Pour la réduction: } I = -n.k([Ox]_s - [Ox]_{el}) \quad (\text{A-II-5 3})$$

A la sturation: $[Ox]_{el} = 0 \Rightarrow$ le courant cathodique de saturation

$$I_c = -nk[Ox]_s \quad (\text{A-II-5 4})$$

Sachant que dans l'équation de Nernst les concentrations $[Ox]$ et $[Red]$ sont celle de la solution au voisinage de l'électrode. En régime non saturé on peut donc écrire :

$$\begin{aligned} \phi &= \phi^\circ + \frac{RT}{nF} \ln \frac{[Ox]_{el}}{[Red]_{el}} \\ \Rightarrow \quad \phi - \phi^\circ &= \Delta\phi = \frac{RT}{nF} \ln \frac{[Ox]_{el}}{[Red]_{el}} \end{aligned} \quad (\text{A-II-5 5})$$

$$\text{Or d'après (d-3) et (d-4): } I = -nk[Ox]_s + nk[Ox]_{el} = I_c + nk[Ox]_{el}$$

$$\text{D'ou } [Ox]_{el} = \frac{I - I_c}{nk} \quad (\text{A-II-5 6})$$

Il en est de même pour $[Red]_{el}$ à partir de (A-II-5 1) et (A-II-5 2):

$$[Red]_{el} = \frac{I_a - I}{nk} \quad (\text{A-II-5 7})$$

Les équations (A-II-5 5), (A-II-5 6) et (A-II-5 7) donne finalement :

$$\phi - \phi^\circ = \Delta\phi = \frac{RT}{nF} \ln \frac{I - I_c}{I_a - I} \quad (\text{A-II-5 8})$$

$$\Rightarrow \quad \frac{nF}{RT} \Delta\phi = \ln \frac{I - I_c}{I_a - I} \quad \Rightarrow \quad \frac{I - I_c}{I_a - I} = e^{\frac{nF}{RT} \Delta\phi} = \varepsilon(\Delta\phi) \quad (\text{A-II-5 9})$$

$$\Rightarrow \quad I = \frac{\varepsilon(\phi) \cdot I_a + I_c}{\varepsilon(\phi) + 1} \quad \text{En divisant par } I_a, \text{ on obtient l'équation sans dimension suivante :}$$

$$\frac{I}{I_a} = \frac{\varepsilon(\Delta\phi) + \frac{I_c}{I_a}}{\varepsilon(\Delta\phi) + 1} \quad (\text{A-II-5 10})$$

Cette équation sans dimension est très pratique pour la simulation et l'analyse des allures de courbes $I=f(\phi)$, car elle ne fait intervenir que le rapport I_c/I_a et non les valeurs réelles de courants limites I_a et I_c .

On appelle potentiel de demi-vague le potentiel $\phi_{1/2}$ qui donne un courant I tel que :

$$I(\phi_{1/2}) = \frac{I_a + I_c}{2} \quad \Rightarrow \quad \frac{I(\phi_{1/2})}{I_a} = \frac{1 + \frac{I_c}{I_a}}{2} \quad (\text{A-II-5 11})$$

En comparant (A-II-5 10) et (A-II-5 11) on voit que pour le potentiel de demi-vague correspond à $\Delta\phi=0 \Rightarrow \phi=\phi^\circ$.

En ce qui concerne le système lent, il présente deux potentiels de demi-vague :

$\phi_{1/2}$ anodique d'oxydation correspondant à

$$I(\phi_{1/2}) = \frac{I_a}{2} = \frac{+nk[\text{Red}]}{2},$$

et $\phi'_{1/2}$ cathodique de réduction correspondant à

$$I(\phi'_{1/2}) = \frac{I_c}{2} = \frac{-nk[\text{Ox}]}{2}.$$

ANNEXE B

B-I Présentation des programmes du chapitre 1

DIODCURV.PAS

Prélèvement de caractéristiques de la diode :

- lire les codes U_D et U_1 des tensions u_D de la diode et u_1 de sortie du suiveur ;
- calculer le code I_D à partir de U_D et U_1 ;
- enregistrer dans un même fichier tous les couples $(U_D, I_D)_T$ correspondant à une même température T .

STANDARD.PAS

Pour compléter les données manquant dans les fichiers de caractéristique par interpolation des valeurs de courant de diode correspondant aux valeurs manquantes de sa tension.

CENTRIFIC.PAS

Programmation orienté_objet de liste chaînée.

- Création du fichier principal à éléments (T, U_D, I) à partir des caractéristiques mesurées $I = f_T(U_D)$ enregistrées.
- Création du fichier principal à éléments (T, U_D, U_S) à partir des courbes expérimentales mesurées du thermomètre $U_S = f_T(U_D)$ enregistrées.
- Ensuite synthèse des fichiers dérivés d'étalonnage $I = F_U(T)$ et de type $U_S = G_U(T)$

SENSI.PAS

Pour tracer la courbe de sensibilité du thermomètre à partir des caractéristiques de la diode correspondant aux températures extrêmes 19°C et 70°C.

RESIST.PAS

Pour tracer, à partir des caractéristiques de la diode, la courbe de la résistance R du thermomètre électronique, résistance R qui sature la tension de sortie U_S du thermomètre à la température maximale de 70°C.

ETALONTM.PAS

Etalonnage du thermomètre $U_S = f(T, U_D)$ où U_D est la tension de la diode (Capteur).

TARCEPOT2.PAS

Pour tracer une famille de courbes avec une possibilité de saisi de la liste des fichiers correspondants

- lecture des noms de fichiers enregistrés dans *.lst
- lecture des paramètres correspondants sur fichier *.prm
- affichage de valeurs réelles de graduation sur les axes: (echelle) * (valeur réelle d'une unité de code)

B-II - Présentation des programmes du chapitre 2

On a utilisé la même interface qu'au chapitre 1. Des programmes sont nécessaires pour piloter les dispositifs électroniques de sondage et l'interface de mesure.

On a élaboré 3 principaux programmes :

IMPULS.PAS

Pour le mode impulsion de sondage. Ses principales tâches sont :

- envoyer des sondes à durée déterminée et lecture de la réaction du système électrochimique
- retour au potentiel de repos avec lecture de la réaction accompagnant ce retour
- placer à l'écran les points représentant les sondes et réactions correspondantes
- sauvegarde des données sur disque
- restitution ultérieure, en cas de besoin, des courbes obtenues

ESCALIER.PAS

Pour le sondage en escalier

- envoi des sondes à durée déterminée et lecture de la réaction du système électrochimique, sans aucun retour
- placer à l'écran les points représentant les sondes et réactions correspondantes
- sauvegarde des données sur disque
- restitution ultérieure des courbes obtenues, en cas de besoin

MESURES.PAS

Pour l'évolution du potentiel redox en fonction du temps

- balayage en permanence en mode impulsion avec tracé des réactions à la 1^o fenêtre (plan U,I)
- présentation de l'évolution du potentiel redox en fonction du temps à la 2^o fenêtre (plan Temps,Potentiel d'équilibre)
- sauvegarde des données de l'évolution sur disque
- possibilité de restitution ultérieure de l'évolution du potentiel
- possibilité de suivi de l'évolution en fonction du temps, de l'admittance caractérisant la concentration d'ions, et encore de 3 paramètres autres que le potentiel redox, avec leur présentation à la 2^o fenêtre, et possibilité de leur restitution

OUTILS.PAS pour grouper tous les outils indispensables et communs à tous ces 3 programmes. Les fonctions et procédures utiles comme :

Axes
InitAxes
Winds
Trace
Msr
sonder
DetectZero
commute
Balayage
Sauver

sont développées dans cette unité « outils.pas »

B-III présentation des programmes du chapitre 3

SERICICULTURE

HYGRO1.PAS

Constitution de la matrice hygrométrique "HYGRO.DTA" à partir de la table hygrométrique
Lecture de la matrice hygrométrique
Identification des valeurs de températures à base de la courbe d'étalonnage traduite en fichier

HUMIDITE.PAS

A partir des données enregistrées sous forme de matrice HYGRO.DTA, d'éléments $h[U_i, V_j]$ ce programme calcule par interpolation la valeur de l'Humidité Relative pour un couple de valeurs lues des températures sèche U et humide V.

L'évaluation de l'Humidité Relative est basée sur le calcul de la différentielle simplifiée d'une fonction à plusieurs variables $h=f(U, V)$:

$$h[U, V] = h[U_i, V_j] + dU \cdot (h[U_{i+1}, V_j] - h[U_i, V_j]) + dV \cdot (h[U_i, V_{j+1}] - h[U_i, V_j])$$

PARCAN4.PAS

C'est le programme de pilotage du CAN à 5 voies

Il assure le balayage et l'opération de conversion des 5 grandeurs à mesurer dont les connexions au port d'entrée de l'interface parallèle sont:

voie 1 : thermomètre du régulateur

voie 2 : température extérieure

voie 3 : température intérieure de la serre

voie 4 : température sèche pour la mesure de l'humidité relative

voie 5 : température humide pour la mesure de l'humidité relative

avec les données techniques suivantes :

1° voie = 4°bit = bit ERROR --> 8

2° voie = 5°bit = bit SLCT --> 16

3° voie = 6°bit = bit PE --> 32

4° voie = 7°bit = bit ACK --> 64

5° voie = 8°bit = bit BUSY --> 128

Ce programme assure également :

- la sauvegarde des temps de démarrage après interruptions
- l'enregistrement des valeurs converties par le CAN
- l'affichage à l'écran des 5 courbes lors du processus de mesure

TRAPOT-Y.PAS

Traite et trace les courbes à restituer ultérieurement à partir des données enregistrées

IMVAVET

ETALON.PAS

Ce programme complète l'étalonnage de tous les codes numériques (0 à 255) à base de fichiers

de données pH0.etn et DO0.etn qui sont établis expérimentalement pour quelques valeurs de code seulement.

L'étalonnage complet est enregistré dans PH-ALL.ETN.

IMVAVET4.PAS

C'est le programme de pilotage du CAN à 8 voies.

Il assure l'opération de conversion par sélection des voies à travers leur adresse, et surveille en même temps le pH, puis active l'une des pompes doseuses par l'intermédiaire de leurs moteurs respectifs en temps utile.

Il enregistre et trace les courbes lors des mesures et après.

Il tient compte du fait que la sortie du comparateur commun est connectée au 5^e bit, "SLCT" de poids 16 du port d'entrée de l'interface.

Références bibliographiques

- [1] **ASH G.** *Les capteurs en instrumentation industrielle*, PARIS, BORDAS, 1983, pp 222-303
- [2] **BENEZECH & Al** *Mécanique Thermodynamique Physico-chimie*, Physique et biophysique, PARIS, MASSON, 1973, pp 251-311
- [3] **BOUDRANT J. & Al** *Capteurs et mesures en biotechnologie*, PARIS, LAVOISIER, 1994
- [4] **BOUJAT G.** *Automatisme*, PARIS, DUNOD, 1993, pp155-167
- [5] **DELSOL R.** *Circuits intégrés et Techniques numériques*, Ecole nationale supérieur de l'aéronautique, et de l'espace, pp 305-389
- [6] **FARDIN R.** *Mesure et régulation en automatique industrielle*, PARIS, EYROLLES, 1964
- [7] **GASTON Charlot** *Méthodes chimiques et physico-chimiques*, Chimie analytique quantitative, PARIS, MASSON, 1984, pp 223-310
- [8] **GLINKA N.** *Chimie générale*, MOSCOU, MIR, Tome I, 1981, pp 277-313
- [9] **GUERNET M. & Al** *Chimie des solutions*, Abrégé de chimie analytique , PARIS, MASSON, Tome I, 1992
- [10] **MONPEURT Y & Al** *Automatique industriel*, PARIS, HACHETTE TECHNIQUE, 1995
- [11] **OURY M.** *Conversion analogique-numérique*, Revue : Technologie Sciences et Techniques industrielles, n°69-mai 1994
- [12] **SHREIBER H.** *Electronique par le schéma*, Commutation, logique, régulation PARIS, DUNOD, 1993, pp 115-143
- [13] **THOMAS Y.** *Biophysique des solutions*, PARIS, BREAL, 1992
- [14] http://www.discip.crdp.ac-caen.fr/phch/lycee/iesp/convertisseur/CNA_R2R.htm
(décembre 2000)
- [15] <http://www.ac-nancy-metz.fr/pres-etab/lycom/electro/Electro-cours/cna-can.htm>
(mai 2001)
- [16] <http://stielec.ac-aix-marseille.fr/cours/abati/cna.htm>
(mai 2001)

Nom : RASAMIMANANA
Prénoms : François de Salle
Adresse : Lot II G 23 HO Ambatomaro Antananarivo 101
E-Mail : frarasam@yahoo.fr
Titre : Automatisation d'acquisition de données et de régulation thermique des systèmes biologiques

RESUME

C'est une contribution au développement de l'instrumentation et de l'informatisation du suivi et contrôle de bioprocédés.

Nous avons réalisé trois dispositifs de contrôle qui sont: un système de régulation thermique, un système d'acquisition automatique des courant et potentiel d'oxydoréduction d'une solution et un CAN à partir de l'interface du port parallèle.

Nous avons testé les dispositifs réalisés sur une des milieux de culture biologiques tels que sériciculteur, bioréacteur pour la fabrication de vaccin vétérinaire. Ils seront utilisés pour le suivi automatique des paramètres des phénomènes microbiologiques sous l'effet de l'activation au rayon laser ou au champ électrique.

Mots clés : Automatisation, conversion, numérisation, oxydoréduction, potentiel

ABSTRACT

It is a contribution to the development of the instrumentation and the computerization of the follow-up and control of bio processes.

We achieved three devices of control that are: thermic regulation system, automatic system of acquirement of solution reaction current and potential measurement, digital analog converter through the interface of the parallel port.

We tested the devices achieved on one the biologic surroundings of culture as sericulturist, bio reactor for the veterinary vaccine manufacture. They will be used for the automatic follow-up of the parameters of the microbiological phenomena under the effect of the activation to the laser ray or to the electric field.

Key words: Automation, conversion, digitalization, oxidization, reduction, potential,

Rapporteur et Directeur de thèse : Mme RANDRIAMANANTANY Zely Arivelo,
Professeur Titulaire à la Faculté des Sciences