CARACTERISATION ET VALIDATION DE LA METHODE DE MESURE

II.1. Estimation de l'incertitude de mesure (utilisation du 5M)

L'incertitude d'un résultat de mesure peut être évaluée par l'utilisation d'un modèle mathématique du mesurage et de la loi de propagation de l'incertitude. Dans notre approche, la fonction reliant la conductivité σ à la résistance R mesurée par le capteur ne s'exprime pas de façon analytique mais est déterminée de façon numérique. On peut alors utiliser l'approche du GUM pour évaluer l'incertitude de mesure (**c.f. chapitre 2, I.1**). Pour ce faire, on s'appuie sur le diagramme 5M [62]. La première tâche va donc être de déterminer l'incertitude sur la grandeur mesurée, à savoir la résistance électrique. Ensuite, l'analyse de la méthode permettra de considérer l'incertitude introduite par l'utilisation des abaques.

Sources d'incertitudes à faible

impact

Cette partie regroupe les branches du 5M traitant de la main d'œuvre, de la matière et du milieu. Ces trois branches du 5M sont réunies car elles ne constituent pas des gros pôles d'incertitudes, exception faite de la **problématique thermique** qui sera donc traitée à part. En effet, le travail d'analyse de la méthode de mesure a permis de minimiser de façon importante l'effet de certaines sources d'incertitude sur la mesure.

La méthode de mesure développée étant **automatisée**, l'incertitude de mesure introduite par l'habileté de l'opérateur est négligeable. Concernant la préparation de l'échantillon, le retrait d'une couche d'oxyde par du papier de verre peut sembler critique. Cependant, l'expérience a montré que ce paramètre n'était pas déterminant pourvu que l'état de surface de l'échantillon permette un bon contact électrique avec les pointes. Il a été observé que si le contact n'est pas satisfaisant, la mesure est très instable et apparait donc comme une mesure aberrante par rapport aux autres. Elle est dans ce cas écartée et aucune incertitude n'est alors à considérer. L'incertitude liée à la main d'œuvre est donc **considérée nulle**. Les câbles de mesure reliés au micro-ohmmètre sont blindés et leur longueur est minimisée. L'effet des **perturbations électromagnétiques** est donc **négligeable** sur l'incertitude de mesure (d'autant plus que les mesures s'effectuent en courant continu).

Les caractéristiques physiques telles que le coefficient de dilatation ou la dureté du matériau peuvent aussi jouer un rôle dans l'incertitude de mesure. Mais il existe d'autres sources d'incertitudes qui écrasent l'effet de telles caractéristiques. Prenons l'exemple du **coefficient de dilatation**. Dans ce contexte, le paramètre critique dans le système de mesure est la distance entre les pointes de mesure. Les pointes sont maintenues par un support en PEEK, dont le coefficient de dilatation est de l'ordre de $0,5.10^{-4}$ °C⁻¹. L'étuve étant régulée à 45°C et l'écartement entre les pointes de mesure étant mesuré à

 20° C, l'écart entre des pointes distantes de 6 mm varie alors de 8 µm. Si on imagine que l'expérience est menée à 100° C, cet écart devient 30μ m. Nous verrons que ces valeurs sont relativement faibles par rapport aux incertitudes de positionnement et de montage du dispositif expérimental.

Calcul de l'incertitude liée à la thermique

II.1.2.A. INCERTITUDE INTRODUITE PAR LA THERMIQUE

La mesure est menée dans une étuve régulée à 45°C mais la température de l'échantillon est plus importante. En effet, la circulation du courant électrique dans l'échantillon va provoquer un échauffement par effet Joule. Il est donc nécessaire d'attendre suffisamment pour que l'équilibre thermique s'installe avant de procéder à la mesure. Pour connaître la température réelle de l'échantillon, des thermocouples sont installés au contact de la zone sondée (incertitude d'un thermocouple de l'ordre de $0,1^{\circ}$ C). Cependant, une incertitude subsiste sur la température réelle de la zone sondée en raison d'un gradient thermique important dans le matériau (et à cause de l'incertitude de mesure du thermocouple). Ainsi, on peut raisonnablement prendre en compte une incertitude de $\pm 2^{\circ}$ C lorsque le courant imposé est de 10A. Si on retient comme coefficient de température $\alpha = 10^{-2}$ °C⁻¹ (c.f. chapitre 1,I.1.1.a), alors en appliquant la loi de Matthiessen, on en déduit une incertitude de mesure de ±2%. Cela correspond à une incertitude-type élevée de $0.3\mu\Omega$ (=20x0,02/ $\sqrt{3}$, calcul pour une résistance mesurée de $20\mu\Omega$). Il est alors légitime de s'interroger sur l'opportunité d'utiliser le micro-ohmmètre à un calibre moins adapté ($320\mu\Omega$ au lieu de $32\mu\Omega$) mais permettant le passage d'un courant plus faible (1A au lieu de 10A) afin de diminuer l'échauffement par effet Joule et donc l'incertitude liée à la thermique. On s'intéresse donc maintenant à l'incertitude introduite par le microohmmètre.

II.1.2.B. PRISE EN COMPTE DE L'INCERTITUDE INTRODUITE PAR LE MICRO-OHMMETRE

Les résistances mesurées par le dispositif expérimental dans le cas des roues polaires étant généralement comprises entre 8 et $20\mu\Omega$, le calcul d'incertitude est effectué pour une valeur de $20\mu\Omega$ (incertitude maximale). Le Tableau 5 présente les calculs d'incertitudes pour les deux gammes d'intérêt.

données 20024 Nanoohmmeter	Gamme $32\mu\Omega$	Gamme 320 $\mu\Omega$
Courant d'excitation (A)	10	1
Incertitude de mesure ($\mu\Omega$)	0,07% + 5dgt	0,07%+5dgt
Résolution $(n\Omega)$	1	10
$\mathbf{u}_{\mu\Omega\mathrm{metre}} \left[\mu\Omega\right]$ (mesure 20 $\mu\Omega$)	0,02	0,04

<u>Tableau 5</u>: Incertitude introduite par le micro-ohmmètre

On constate que l'incertitude-type avec le calibre 320 $\mu\Omega$ est 2 fois plus importante que celle associée au calibre 32 $\mu\Omega$. Mais comme le courant d'excitation correspondant au calibre 320 $\mu\Omega$ est 10

fois moins important, cela signifie que les pertes par effet Joule seront 100 fois moins importantes. L'incertitude liée à la thermique sera donc bien moins importante et on l'estime à \pm 0,5 °C, soit une incertitude-type sur la mesure de résistance de 0,06 $\mu\Omega$. Ainsi, avec le calibre 32 $\mu\Omega$, l'incertitude globale de mesure sera de l'ordre de 0,3 $\mu\Omega$ contre 0,07 $\mu\Omega$ avec le calibre supérieur. Donc finalement il est préférable de choisir le **calibre 320** $\mu\Omega$ et on retiendra les incertitudes suivantes :

$$u_{therm} = 0,06 \ \mu\Omega \tag{116}$$

$$u_{\mu\Omega metre} = 0,04 \ \mu\Omega \tag{117}$$

II.1.3. Calcul de l'incertitude liée aux paramètres géométriques

Les calculs précédents sont communs aux deux mesures (sur la griffe et sur le plateau). Par contre les calculs pour obtenir l'incertitude liée aux paramètres géométriques sont différents d'un capteur à l'autre. Seul le cas du capteur de la griffe (noté capteur-griffe) va être développé dans ce chapitre mais la méthodologie peut être étendue sans difficulté. Pour ces calculs, on utilise le modèle E.F. de la roue polaire (le maillage utilisé est donné Figure 79).



Figure 79 : Maillage de la roue polaire (dans le cas d'une mesure sur la griffe)

II.1.3.A. CAPTEUR A 4 POINTES

La position réelle des pointes a été mesurée à l'aide d'une machine à mesurer tridimensionnelle Renault Automation 13.08.06 afin de connaître l'écart existant entre les positions réelles et les positions nominales (Tableau 6). On peut distinguer deux types de défauts de position des pointes: le **défaut d'écartement** des pointes (direction x) et le **défaut d'alignement** des pointes (direction y). Dans un premier temps on propose de s'intéresser à l'effet d'un défaut d'écartement des pointes. Pour cela, on calcule p_n (n étant l'indice de pointe) le défaut d'écartement dans le Tableau 6.

	(mm)	pointe 1	pointe 2	pointe 3	pointe 4
Valeurs	X	0	6	12	18
nominales	Y	0	0	0	0
Valeurs	X	0	6.0258	11.8605	17,8755
réelles	Y	0	0.0257	0.0365	0
$p_n = x_{valeur réelle} - x_{valeur nominale}$		0	-0.03	0.14	0.12



<u>Tableau 6</u>: Mesure de la position réelle des pointes (capteur pour la griffe)



<u>Figure 80</u>: Résistance en fonction de la position des pointes (position nominale = 0 mm)

La Figure 80 présente l'évolution de la résistance R, calculée par EF, en fonction de p₃. La valeur expérimentale de p₃=0.14 mm est présentée sur le graphique par un train pointillé vertical. Les courbes d'intérêt sont "p₂=0, p₄=0" et "p₂=0, p₄=0.5". En effet, p₂ est arrondi à zéro (p₂=-0,03). Il existe donc, comme l'illustre la Figure 81 un biais sur la mesure compris entre 0,1% (courbe p₂=0, p₄=0.5) et 3% (courbe p₂=0, p₄=0) que l'on estime finalement à **2%** (régression linéaire sur p₄). Il s'agit d'une **erreur systématique** que l'on peut corriger en adaptant le modèle à l'écartement réelle des pointes. Finalement, pour une mesure de 20 $\mu\Omega$ il existe, **pour ce capteur**, un biais de l'ordre de **0,4** $\mu\Omega$.



Figure 81 : Résistance en fonction de la position des pointes (zoom sur la zone d'intérêt)

On se propose maintenant d'étudier la sensibilité de la réponse du capteur à un défaut d'alignement des pointes (direction y). Pour ce faire, le capteur a été simulé en position sur une griffe. Pour chaque pointe, deux possibilités ont été envisagées : la pointe peut se trouver soit en position « moins », soit en position « plus » (Figure 82). Les positions « moins » et « plus » sont distantes de ± 0.5 mm par rapport au nominal. Le capteur étant composé de quatre pointes, il existe 16 possibilités.



Figure 82 : Simulation effectuée pour étudier l'effet d'un défaut d'alignement des pointes

L'écart maximal observé par rapport à la valeur de référence (toutes les pointes alignées en position « moins ») est de 0,5%. On constate que la réponse du capteur est nettement plus sensible à un défaut d'écartement des pointes qu'à un défaut d'alignement, d'autant plus que le défaut envisagé dans la simulation (\pm 0,5mm) est très important par rapport au défaut réellement constaté par mesure (\pm 0,04 mm, c.f. Tableau 6). Cette contribution est donc négligeable.

II.1.3.B. SYSTEME DE POSITIONNEMENT

Vocabulaire : On considère un chariot en déplacement le long de l'axe x dont la mission est de déplacer un solide (Figure 83). Il existera un écart entre la position réelle du solide et la position théorique. Pour évaluer cet écart on considère la justesse (Δx), la rectitude horizontale (Δy) et la rectitude verticale (Δz). Cela suffit à décrire la position réelle du centre du solide mais pour le solide complet, il faut également considérer les trois degrés de liberté de rotation. On définit alors l'axe de roulis (roll, rotation selon x), l'axe de tangage (pitch, rotation selon y) et l'axe de lacet (yaw, rotation selon z).



Figure 83 : Schéma explicatif des défauts de positionnement

Notations et démarches : Des notations sont introduites afin de simplifier les expressions (Figure 84). Ainsi, les deux platines de translation sont notées T_1 et T_2 . Deux rails notés R_g et R_p et deux chariots mobiles (assimilés aux capteurs) sont fixés sur la platine T_2 . Sur chacun de ces chariots est monté un capteur 4 pointes notés C_p pour le capteur du plateau et C_g pour le capteur de la griffe. A côté de la platine T_1 se trouve la platine de rotation notée R. Sur la platine de rotation se trouve l'échantillon noté E. L'ensemble du dispositif est fixé sur une plaque notée P.



Figure 84 : Représentation schématique des systèmes de positionnement et introduction des notations

L'objectif est d'estimer l'incertitude sur la position relative des capteurs par rapport à l'échantillon (position C/E). Prenons l'échantillon E comme référence, le problème comporte alors six degrés de liberté par capteur. Considérons le cas du capteur de la griffe C_g , les pointes du capteur sont montées sur ressort. Pour positionner correctement les pointes par rapport à l'échantillon, il faut contrôler soit la force exercée sur celles-ci (utilisation d'un capteur de force), soit l'enfoncement (utilisation d'une mesure géométrique). Lorsque la valeur cible est atteinte (valeur de force ou de distance), la platine de translation T_1 arrête de se mouvoir. Quoi qu'il en soit, l'incertitude de résistance liée à l'incertitude géométrique Δx pour le capteur C_g sera négligeable car elle n'entraine pas d'erreur de positionnement de l'échantillon E par rapport au capteur C_g . C'est la pression des pointes qui peut avoir un effet sur la mesure car la maitrise de ce paramètre (supposé bien contrôlée) garantie le bon contact électrique entre échantillon et capteur. On se focalise donc sur l'effet d'une incertitude de positionnement selon z et selon y.

Une rotation selon l'axe y provoque une translation selon l'axe z, comme l'illustre la Figure 85, qui sera prise en compte dans le calcul de l'incertitude Δz . Le fait que les pointes soient montées sur ressort garantit que, malgré la rotation d'axe y, on a un contact entre chacune des pointes et l'échantillon ; par contre, la pression de contact ne sera pas identique sur chaque pointe. De même, l'effet d'une rotation selon l'axe z est pris en compte dans le calcul de l'incertitude Δy . Il reste à considérer une rotation selon x (α_x) qui correspond à un défaut de parallélisme entre le capteur C_g et l'échantillon E. Ainsi, pour le capteur-griffe C_g, on s'intéresse aux effets de Δz , Δy , et α_x . Afin de traduire les incertitudes dimensionnelles en incertitudes sur la mesure de résistance, on utilise les modèles issus de la simulation numérique qui ont été obtenus en considérant la géométrie particulière de la roue polaire.



Figure 85 : Représentation schématique de l'effet d'une rotation selon y

Les défauts géométriques qui ont été considérés ainsi que le calcul de Δz sont donnés Figure 86. Les trois incertitudes Δz_1 , Δz_2 et Δz_3 sont des incertitudes liées aux performances des platines de positionnement. Pour les calculer, on s'appuie sur les données du constructeur dont la véracité a été vérifiée par machine à mesurer (**c.f. paragraphe I.3.2.b**). En utilisant ces calculs (Figure 86), on trouve l'incertitude de positionnement selon z :

$$\Delta z = 0.5 \text{ mm} \tag{118}$$



Figure 86 : Représentation des défauts géométriques selon z et calcul associé

La Figure 87 représente la résistance obtenue par EF en fonction de la position du capteur le long de l'axe z. Imaginons que le capteur soit théoriquement positionné à z=2mm (proche de la base de la griffe). Alors, les résultats de simulation permettent de calculer qu'une incertitude de $\pm 0,5$ mm sur ce positionnement provoque une incertitude sur la résistance de $\pm 0,08\mu\Omega$. Plus le capteur est proche du bout de griffe, plus un défaut de son positionnement induit une erreur importante sur la mesure de résistance R. On retiendra la valeur d'incertitude correspondant à une position centrale du capteur d'où :

$$a_{\Delta z} = 0.2 \,\mu\Omega \tag{119}$$

Les données constructeur nous ont permis d'estimer la limite inférieure et supérieure $a_{\Delta z}$ pour la résistance. Comme on ne possède aucune connaissance spécifique sur les valeurs possibles de la

résistance dans cet intervalle, on peut supposer qu'elle se situe d'une manière équiprobable en tout point de l'intervalle (distribution uniforme). Dans ce cas on a :

$$u_n^2(r_i) = \frac{a^2}{3}$$
(120)

Il vient :

$$u_{\Delta z}^{2} = 0,013 \ \mu\Omega$$
(121)

Figure 87 : Résistance en fonction du positionnement du capteur le long de la griffe

Les défauts géométriques qui ont été considérés ainsi que le calcul de Δy sont donnés Figure 88. On distingue trois sources d'incertitudes géométriques : les incertitudes de montage (Δy_1), les incertitudes provoquées par les platines de translation (Δy_2) et l'incertitude provoquée par la platine de rotation (Δy_3).



Figure 88 : Représentation des défauts géométriques selon y et calcul associé

Concernant les incertitudes de montage, elles sont en théorie relativement nombreuses car il est nécessaire de prendre en compte les défauts de montage entre chaque élément du système. Cependant, comme cela a déjà été signalé, la position du chariot portant le capteur C_g a été étalonnée à l'aide d'une machine à mesurer. Par conséquent, c'est la position réelle du chariot par rapport à la griffe (et l'incertitude de la machine à mesurer) qu'il faut considérer pour calculer Δy_1 . Reste donc les

incertitudes des platines de translation et rotation. En utilisant ces calculs et les valeurs de simulation données Figure 89 (on retient le cas d'une mesure au niveau du milieu de la griffe) on obtient par le même raisonnement que précédemment :



$$a_{\Delta y} = 0,003 \,\mu\Omega \, soit \, u_{\Delta y}^2 = 3.10^{-6} \,\mu\Omega$$
 (122)

Figure 89 : Résistance en fonction du centrage du capteur sur la griffe

Les défauts géométriques qui ont été considérés ainsi que le calcul de Λa_x sont données Figure 90. La source d'incertitude principale est liée au montage du dispositif expérimental. Les résultats de simulation ont montré que cette source d'incertitude a un effet négligeable sur la mesure de résistance par rapport aux incertitudes calculées précédemment (de l'ordre de 10⁻⁴ $\mu\Omega$). Elle sera donc **négligée**.



Figure 90 : Représentation des défauts géométriques par rotation autour de l'axe x et calcul associé

II.1.4. Calcul de l'incertitude de mesure liée au modèle

On dispose d'une méthode de mesure de la résistance et l'incertitude de cette mesure a été calculée. Cependant, la grandeur finale recherchée est la **conductivité électrique**. Il va donc falloir prendre en compte les sources d'incertitudes liées à la méthode. Notons que le modèle numérique a été utilisé pour les calculs d'incertitude. Mais l'objectif était alors de comparer une réponse cible par rapport à une réponse impactée par une erreur géométrique. Ainsi, jusqu'à maintenant, toute erreur systématique éventuellement introduite par le modèle a été retranchée.

Il existe deux sources d'incertitudes à prendre en compte. La première est liée à la discrétisation du problème. Pour l'estimer, deux différents maillages ont été exploités : un maillage grossier noté maillage 1 et un maillage fin noté maillage 2. Les résultats de simulation ainsi que les informations sur les maillages sont donnés Figure 91.



Figure 91 : Résistance en fonction du positionnement z, comparaison des maillages

L'écart sur la résistance est inférieur à 1% lorsque l'on passe du maillage 1 au maillage 2. Par ailleurs, le modèle numérique en soit (hypothèses) introduit également une incertitude. Par exemple, les pointes réelles ont un certain diamètre, alors que dans le modèle elles sont ponctuelles ; il peut exister des écarts géométriques entre la roue polaire réelle et la roue polaire modélisée etc ... On retiendra donc une incertitude de 4%.

II.1.5. Synthèse : calcul de l'incertitude de mesure élargie

Il s'agit de déterminer l'incertitude type composée associée au mesurage. En supposant que les sources d'incertitudes sont indépendantes, on peut utiliser la formule de propagation des incertitudes suivantes (c.f. chapitre 2, I.1.2.d):

$$u_c = \sqrt{\sum u_n^2} \tag{123}$$

Le bilan d'incertitude est détaillé dans le Tableau 7. Notons que le biais introduit par le défaut d'écartement des pointes du capteur n'est pas pris en compte dans ce calcul car il s'agit d'une source d'erreur systématique corrigeable (u_{capteur-griffe}). Ce calcul prend en compte l'incertitude liée à la thermique (**c.f. paragraphe II.1.2**) et aux paramètres géométrique (**paragraphe II.1.3**). Il est nécessaire d'ajouter l'incertitude introduite par le modèle (**paragraphe II.1.4**).

Unité : μΩ²	variance
u ² therm	4E-03
U ² μΩmetre	2E-03
u ² capteur-griffe (non considéré)	9E-02
u ² _{Δz}	1.3E-02
u ² Δy	3.00E-06
Total des variances	0,02
Ecart-type composé	0,14μΩ
Incertitude élargie (k=2)	0,3 μΩ

<u>Tableau 7</u> : Bilan d'incertitude sur la mesure de résistance pour le capteur griffe

Dans le modèle numérique, on impose dans la roue polaire une conductivité électrique de 5 MS/m. On considère trois zones de mesures : base de griffe, milieu de griffe et pointe de griffe. Pour calculer l'incertitude de mesure de la conductivité électrique, il faut considérer l'incertitude de mesure de la résistance, l'incertitude apportée par le maillage et l'incertitude apporté par le modèle. Le détail des calculs est donné dans le Tableau 8. Finalement on retiendra :

$$u_{5M} = 0, 3 MS/m$$
 (124)

$\sigma_{modèle} = 5MS/m$	Base de griffe	Milieu de griffe	Pointe de griffe
Tension U (µV)	8,32	9,57	11,88
Coefficient $\alpha = \sigma/U$	0.601	0.523	0.421
Δ_{mesure} (MS/m)	0.18	0.16	0.13
Δ_{maillage} (MS/m)	0.03		
$\Delta_{\text{modèle}}$ (MS/m)	0.12		
Incertitude (MS/m)	0.22	0.20	0.17

Tableau 8 : Bilan d'incertitude sur la mesure de résistance pour le capteur griffe

Il est maintenant possible d'utiliser la méthode de mesure et de donner un résultat de mesure complet, à savoir la valeur du mesurage accompagnée de son incertitude. La détermination de cette incertitude a été faite en raisonnant sur toutes les sources d'incertitudes identifiées. Il serait intéressant d'effectuer une étude statistique d'un certain nombre de résultats de mesure afin de s'assurer de l'obtention d'une incertitude du même ordre de grandeur. C'est donc le sujet de la partie suivante. En outre cette méthode est accompagnée d'une estimation du biais de mesure grâce à l'utilisation d'étalons.

II.2. Estimation de l'incertitude de mesure (méthode statistique)

II.2.1. Evaluation de la fidélité de mesure

Par soucis de concision, seuls les résultats pour le capteur griffe vont être présentés. En première intention, 6 mesures successives (sans ouverture de l'étuve) ont été effectuées sur une griffe de roue polaire, conformément au protocole de mesure (**c.f. annexe III**). La résistance moyenne obtenue est 7,69 μ Ω pour un écart type de 0.03 μ Ω. Il ne s'agit pas de l'écart-type de répétabilité car les 6 mesures ne sont pas indépendantes (pas de repositionnement de la roue polaire dans l'étuve) mais plutôt d'un écart-type minimal, lié aux platines de positionnement et au micro-ohmmètre. Une fois les mesures de résistances effectuées, les conductivités sont déduites en utilisant le modèle EF qui permet de connaître la conductivité σ en fonction de la résistance R et de la position P du capteur (σ =f(R, P)). La conductivité sera exprimée en fonction d'une constante σ_0 dont la valeur ne sera pas donnée pour des raisons de confidentialité.

Pour obtenir l'écart-type de répétabilité, la conductivité en 2 positions de 2 griffes de 2 roues polaires (une roue polaire taillée masse et une forgée) a été mesurée 10 fois de façon indépendante. Les résultats sont donnés Tableau 9. L'appellation G1 (respectivement G2) fait référence à la griffe 1 (respectivement griffe 2) et l'appellation P1 (respectivement P2) fait référence à la position du capteur sur la griffe schématiquement représentée sur la Figure 92.

Référence o	le mesure	Résistance (μΩ)	Ecart type (μΩ)	Conductivité (MS/m)	Ecart type (MS/m)
	G1-P1	7,55	0,13	σ_0	0.10
Roue taillée	G1-P2	8,05	0,10	σ ₀ -0,1	0.06
(ref A)	G2-P1	7,69	0,09	σ ₀ -0,1	0.06
	G2-P2	8,15	0,08	σ₀-0,2	0.15
	G1-P1	7,72	0,14	σ ₀ +0,3	0.10
Roue forgée	G1-P2	8,11	0,21	σ ₀ +0,4	0.15
(lot2 A)	G2-P1	7,44	0,16	σ ₀ +0,5	0.13
	G2-P2	8,10	0,16	σ ₀ +0,4	0.12

<u>Tableau 9</u> : Caractérisation de la répétabilité de mesure



Figure 92 : Représentation schématique des positions P1 et P2

Intéressons-nous dans un premier temps à la roue taillée masse. L'hypothèse d'homogénéité des variances doit être vérifiée par un **test de Cochran** d'après la norme NF ISO 5725-2 [64] (**c.f. chapitre 2, I.1.2.b**). Or le test est négatif (C=0,563 >0,331). L'écart-type à considérer dans ce cas sera donc l'écart-type maximal :

$$u_{RPt} = 0,15 \, MS/m$$
 (125)

Dans le cas de la roue forgée, le test de Cochran est également négatif (C=0,351 > 0,331). L'écart-type à considérer est donc :

$$u_{RPf} = 0,15 \, MS/m$$
 (126)

On constate que l'écart-type obtenu dans le cas de la roue forgée est le même que dans le cas de la roue polaire taillée masse. Le procédé de fabrication de la roue polaire ne semble donc pas influencer l'incertitude de mesure. Généralement, le premier facteur étudié dans une étude de **fidélité sous condition de reproductibilité** est le facteur "opérateur". Dans la mesure où la procédure a été au maximum automatisée, on se permet de supposer que ce facteur n'introduit pas d'incertitude. En outre, les résultats obtenus laissent à penser que l'incertitude de mesure pourrait augmenter lorsque le capteur se déplace vers le bout de griffe (Figure 92). Ce constat est logique car il a été observé numériquement que l'effet d'un défaut de positionnement du capteur est plus important lorsque celuici est en bout de griffe. Par contre, la rotation de la platine ne semble pas impacter l'incertitude de mesure (comparaison griffe 1 / griffe 2). Pour connaître l'incertitude sur la conductivité électrique, il faut prendre en compte l'utilisation du modèle numérique (**c.f. paragraphe II.1.3**). On trouve finalement (arrondi au supérieur) :

$$\boldsymbol{u}_{Stat} = \boldsymbol{0}, \boldsymbol{3} \, \boldsymbol{MS/m} \tag{127}$$

La fidélité de mesure obtenue de façon statistique correspond à celle obtenue par exploitation du 5M. Cela laisse à penser que les sources d'incertitudes ont bien été identifiées et quantifiées. Ainsi la méthode de mesure est bien appréhendée. Il s'agit maintenant de s'assurer de la justesse de la méthode de mesure développée.

II.2.2. Evaluation de la justesse de mesure

II.2.2.A. POPULATION DE REFERENCE

Pour quantifier la justesse de mesure, on dispose d'une population d'étalons (pavés de 25,40 x 25,40 x 6,35 mm³) dont la conductivité électrique, exprimée en %IACS, est connue précisément. Précisons qu'une conductivité de 100 %IACS (*International Annealing Copper Standard*) correspond à la conductivité du cuivre pur à 20 °C, soit 58,0MS/m. Les caractéristiques des étalons sont données dans le Tableau 10.

Conductivité (%IACS)	Incertitude (%IACS)	Température de mesure (°C)	Matériau
1,07	0,05	20,01	Ti-6Al4V
4,57	0,09	19,99	CU/NI 70/30
18,95	0,15	19,99	Magnésium A231, MAG AZ31B
19,13	0,16	19,99	Magnésium A231, MAG AZ31B

Tableau 10 : Description des étalons de conductivité

Afin de s'appuyer sur un modèle relativement simple, l'idéal est de positionner les pointes du capteur au centre de l'échantillon (configuration 1 de la Figure 93). Le capteur-griffe a donc été étalonné de cette façon. Cependant le capteur- plateau est trop grand pour pouvoir être positionné de cette façon sur l'étalon. Il a donc été placé sur la diagonale, comme l'illustre la configuration 2 de la Figure 93. On procède à une approche numérique pour connaître la relation liant la résistance R et la conductivité σ .



Figure 93 : Positionnements du capteur 4 pointes sur l'étalon

Un dispositif de positionnement spécifique a été réalisé afin de positionner correctement et de façon répétable les étalons (Figure 94). En outre, les coefficients de température α des étalons étant inconnus, il est plus légitime de mesurer la justesse de mesure à une température proche de 20°C (température à laquelle la conductivité des étalons a été spécifiée). Aucune température ne sera donc imposée dans l'étuve et on définit trois types de conditions de mesure : porte de l'enceinte ouverte (**condition 1**), porte de l'enceinte fermée (**condition 2**), porte de l'enceinte fermée et ventilation à 50% (**condition 3**). Hormis cela, le protocole expérimental est similaire à celui de la mesure de la conductivité des roues polaires.



Figure 94 : Photographie du dispositif de positionnement des étalons

II.2.2.B. DETERMINATION DES RESISTANCES DE REFERENCE

Il est nécessaire de connaître précisément la relation entre la résistance mesurée et la conductivité électrique que l'on peut déduire de cette mesure. Pour connaître cette relation, on s'appuie sur une approche numérique. Les deux configurations visibles Figure 93 ont donc été modélisées (de la même façon que celle présentée paragraphe. I.1.3.b). Le maillage retenu est constitué de 60 000 nœuds et 330 000 tétraèdres. Au regard de la simplicité du problème, ce maillage est suffisamment fin, comme l'illustre la Figure 95.



Figure 95 : Ecart à la valeur de référence (maillage retenu) en fonction du nombre d'inconnues

On constate que lorsque le nombre d'inconnues augmente, les valeurs numériques obtenues se stabilisent sans pour autant être totalement identiques. Un bruit numérique sera à prendre en compte dans le calcul des bornes. Il est estimé à $\pm 0,05$ % de la valeur de résistance et est représenté sur la Figure 95. Les résultats obtenus sont donnés dans le Tableau 11.

 Conductivité (%IACS)	Résultat numérique (μΩ)	Incertitude ($\mu\Omega$)
 1,07	84,61	±4,2
4,57	19,81	±0,42
18,95	4,78	±0,042
 19,13	4,74	±0,042

Tableau 11 : Résultats numériques des résistances de références pour le capteur griffe

II.2.1.C. DETERMINATION DE LA JUSTESSE DE MESURE

Quel que soit le capteur considéré, les résultats obtenus sont stables quelles que soient les conditions pour les trois premiers étalons. Pour le quatrième étalon (19,13%IACS) la mesure n'est stable que dans le cas de la condition 3 comme l'illustre la Figure 96. Ce constat est lié à des problématiques de stabilité thermique et illustre la nécessité de la ventilation dans le milieu de mesure. De plus, les étalons n'ont pas tous le même comportement thermique. Ainsi, l'étalon de 4,57%IACS est, sous les trois conditions de mesures, à la même température que l'environnement, alors que les

autres étalons sont systématiquement à une température supérieure à celle de l'environnement, sauf pour la condition 3. La ventilation de l'étuve permet donc d'homogénéiser efficacement la température du milieu.



Figure 96 : Résistance en fonction du temps (capteur griffe, étalon 19,13%IACS, condition 3)

On s'intéresse dans un premier temps aux résistances mesurées par le **capteur-griffe**. Les conductivités mesurées sont légèrement inférieures aux conductivités de référence (Tableau 12). Ce constat est cohérent car les températures de mesure sont supérieures à la température de caractérisation des étalons (20°C). Mais même avec ce biais thermique, au regard de la fidélité du système de mesure développé (**c.f. paragraphe II.2.1**), la mesure est juste. L'ensemble des résultats est visible sous forme de graphique (Figure 97) où la conductivité mesurée est tracée en fonction de la conductivité attendue. Ainsi, la mesure est juste si les valeurs obtenues appartiennent à la droite y=x, ce qui, à l'incertitude près, est le cas. La justesse de la mesure dans le cas du capteur-griffe est ainsi validée.

Conductivité (%IACS)	Conductivité attendue (MS/m)	Conductivité mesurée (MS/m)	Ecart	Température (°C)
1,07	0,621±0.029	0,616	0,8%	27.1
4,57	2,651±0,053	2,691	1,6%	25.5
18,95	10.991±0,087	10,689	2,8%	28.9
19,13	11,095±0,093	10,853	2,2%	30.4

Tableau 12 : Mesures des résistances de références pour le capteur-griffe



Figure 97 : Conductivités mesurées en fonction des conductivités de référence (capteur plateau)

II.3. Validation de la méthode

II.3.1. Déclaration de validité de la méthode

Les deux chapitres précédents constituent en fait le **dossier de caractérisation** de la méthode de mesure des conductivités électriques de la roue polaire. Il s'agit maintenant de la valider en s'assurant de son adéquation avec le cahier des charges. Pour rappel l'objectif est de développer une méthode de mesure de la conductivité électrique qui soit <u>locale</u>, <u>non destructive</u>, à <u>température fixe</u>, avec une incertitude maximale de quelques 10^5 S/m.

La méthode développée est <u>locale</u> car on peut sonder différentes zones dans la roue polaire et mesurer la conductivité électrique de chacune d'entre-elles. Elle est <u>non destructive</u> car la roue polaire est insérée en l'état dans le système de mesure. La seule précaution à prendre est de s'assurer du bon contact électrique des pointes de mesures avec la roue polaire. La <u>température</u> de mesure est <u>fixe</u> car le dispositif expérimental est contenu dans une étuve. En outre la température réelle de l'échantillon est connue précisément à l'aide de thermocouples. L'incertitude de mesure a été calculée à l'aide de deux approches distinctes : soit en utilisant le 5M soit par la méthode statistique. Les résultats obtenus par ces deux méthodes sont similaires et l'incertitude de mesure obtenue est de <u>0,3MS/m</u>, ce qui correspond au cahier des charges. La méthode de mesure développée répondant parfaitement au cahier des charges qui avait été établi, elle **est validée**.

II.3.2. Illustration expérimentale de la validité de la méthode

Une série de mesure est proposée afin d'illustrer l'utilisation de la méthode. L'objet d'étude est une roue polaire usinée qui n'a donc pas subi de forgeage : ses propriétés électriques sont donc relativement homogènes. L'objectif est de mesurer la conductivité électrique des griffes de cette roue polaire de deux façons distinctes puis de comparer les résultats obtenus. Dans un premier temps, la conductivité électrique de trois griffes de cette roue polaire est mesurée en utilisant la méthode développée. Après cela, des tiges de 6 mm de diamètre sont extraites de ces mêmes griffes (Figure 98). La mesure de résistance des tiges ainsi obtenues est effectuée avec le même capteur mais la conductivité électrique est déduite analytiquement.



Figure 98 : Présentation des échantillons et des résultats expérimentaux

Les mesures de résistance ainsi que les conductivités électriques obtenues sont données dans le Tableau 13. On constate bien que les résultats de conductivité obtenus par une mesure directe sur les griffes (méthode développée) et par une mesure sur les tiges extraites des griffes (méthode destructive) sont les mêmes.

Roue usinée arrière		Résistance mesurée (μΩ)	Conductivité déduite (MS/m)
Cuiffe 1	Méthode développée	7,6	σ₀-0,2
Griffe I	Méthode destructive	39,6	σ ₀ - 0,1
Griffe 2	Méthode développée	7,8	σ ₀ - 0,2
	Méthode destructive	39,7	σ ₀ - 0,2
Griffe 3	Méthode développée	7,6	$\sigma_0 - 0, 1$
	Méthode destructive	39,6	σ ₀ - 0,1

Tableau 13 : Résultats expérimentaux des mesures sur griffes et sur tiges

Maintenant que la méthode de mesure de la conductivité électrique des roues polaires est opérationnelle (le protocole expérimental complet de la méthode est consultable en annexe III), elle va pouvoir être utilisée afin de mener à bien des campagnes de mesures. Deux études sont proposées ici.

L'objectif de la première étude est d'étudier la conductivité électrique de pièces issues de la chaine de production. La seconde étude consiste à adapter simplement la méthode développée afin d'étudier des tiges extraites des roues polaires.