HAL
open science

Développement et étude d'un viscosimètre absolu à chute de bille

Matthieu Brizard

To cite this version:

Matthieu Brizard. Développement et étude d'un viscosimètre absolu à chute de bille. Mécanique [physics.med-ph]. Université Joseph-Fourier - Grenoble I, 2005. Français. NNT : . tel-00009440

HAL Id: tel-00009440

https://theses.hal.science/tel-00009440

Submitted on 10 Jun 2005

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

UNIVERSITE JOSEPH FOURIER - GRENOBLE 1

THESE DE DOCTORAT

pour l'obtention du grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE JOSEPH FOURIER

Discipline : Mécanique et Energétique

présentée et soutenue publiquement par

MATTHIEU BRIZARD

20 Mai 2005

DEVELOPPEMENT ET ETUDE D'UN VISCOSIMETRE ABSOLU A CHUTE DE BILLE

Composition du Jury :

Président du jury :	Pascal Jay	Laboratoire de Rhéologie (Saint Martin d'Hères)
Rapporteur :	Richard Davis	Bureau International des Poids et Mesures (Sèvres)
Rapporteur :	Philippe Coussot	Laboratoire des Matériaux et Structures du Génie Civil (Marne-la-Vallée)
Directeur de Thèse :	Claude Verdier	Laboratoire de Spectrométrie Physique (Saint Martin d'Hères)
Examinateur :	Mohamed Megharfi	Laboratoire national de métrologie et d'essais (Paris)

Laboratoire national de métrologie et d'essais
1 rue Gaston Boissier
75724 Paris Cedex 15

Associaton Nationale de la Recherche Technique
41 boulevard des Capucines
75002 Paris

Laboratoire de Spectrométrie Physique
140 avenue de la Physique
38402 Saint Martin d'Hères

REMERCIEMENTS

Je ne peux commencer ces remerciements sans évoquer mon directeur de thèse, Claude Verdier, pour avoir encadré mon travail depuis le DEA et pendant ces trois années de thèse avec une grande rigueur scientifique que j'ai beaucoup appréciée.

Je tiens également à remercier Mohamed Megharfi sans qui ce projet n'aurait pas vu le jour et qui m'a permis de découvrir la métrologie au sein du LNE. Il m'a donné l'opportunité de conduire ce projet et a su me faire confiance durant ces trois années en me laissant une grande part d'initiative.

Je remercie vivement Monsieur Richard Davis (Responsable de la section des masses au Bureau International des Poids et Mesures) et Monsieur Philippe Coussot (Directeur du Laboratoire des Matériaux et Structures du Génie Civil) pour avoir accepté d'être rapporteurs de ma thèse, et Monsieur Pascal Jay (Enseignant-Chercheur au Laboratoire de Rhéologie) pour en avoir été examinateur.

Je remercie l'ensemble du Laboratoire national de métrologie et d'essais pour m'avoir permis de travailler dans d'excellentes conditions ainsi que l'ANRT (Association Nationale de la Recherche Technique) et anciennement le BNM (Bureau National de Métrologie) qui ont financé ce projet.

Je tiens à saluer les personnes qui ont participé au groupe de travail, Ronan Morice, Dominique Jouin, Françoise Ollier pour leurs commentaires tout au long de ce travail, Céline Graciannette et Pascal Lacipierre pour leur aide si précieuse lors de la conception du banc et enfin Emmanuel Mahé pour m'avoir aidé à réaliser les expériences. Je remercie également Soraya Amarouche et Michèle Desenfant pour leurs commentaires concernant le calcul d'incertitudes, ainsi que toute l'équipe de nanométrologie pour leurs conseils aussi bien sur la conception que sur l'acquisition des données. Enfin, je remercie Claude Reinhardt, à l'atelier, pour l'usinage de pièces que je lui demandais souvent dans l'urgence.

Je remercie l'ensemble de la division thermométrie pour son accueil et Vincent avec qui j'ai partagé le bureau pendant trois ans pour sa constante bonne humeur.

Je tiens à profiter de cette occasion pour remercier mes parents de leur soutien pendant mes études, tant sur le plan moral lorsque le doute a pu s'installer, que sur le plan financier. Je n'oublie pas mon frère Nicolas, pour qui faire une thèse en regardant des billes tomber, l'a souvent fait sourire.

Enfin, pour Caroline qui partage ma vie depuis quelques années, c'est bien plus qu'un merci que j'adresse…

"Celui qui sait qu'il commet
une erreur et ne la corrige pas
commet une nouvelle erreur"

Confucius (551-479 av J-C)

TABLE DES MATIERES

TABLE DES FIGURES **12**

LISTE DES TABLEAUX **14**

LISTE DES SYMBOLES **15**

INTRODUCTION **19**

CHAPITRE I : THEORIE **25**

1. EQUATIONS DE BILAN DU MOUVEMENT D'UN FLUIDE NEWTONIEN [HAP,1983] 27
   1.1. Conservation de la masse 27
   1.2. Bilan de quantité de mouvement 27
   1.3. Equations de Navier-Stokes 28
2. ECOULEMENT AUTOUR D'UNE SPHERE EN MILIEU ILLIMITE [CLI,1978] 29
   2.1. Solution de Stokes 29
   2.2. Calcul de la résultante des forces sur la sphère (Re=0) 33
   2.3. Calcul du coefficient de traînée 34
3. EQUATION DU MOUVEMENT DE LA SPHERE [CLI,1978] 34
   3.1. Mouvement rampant instationnaire autour d'une sphère 34
   3.2. Calcul de l'effort exercé sur la particule 38
   3.3. Régime transitoire 38
   3.4. Régime permanent 41
4. CORRECTIONS 42
   4.1. Effets d'inertie 42
   4.2. Effets de bord 43
      4.2.1. Bille décentrée 43
      4.2.2. Bille chutant sur l'axe du cylindre 45
   4.3. Force de portance 47
   4.4. Effets de bout 48
5. FORMULE DE CALCUL DE LA VISCOSITE DYNAMIQUE 48

CHAPITRE II : DEVELOPPEMENT DU BANC **51**

1. CALCULS D'INCERTITUDES PRELIMINAIRES 53
2. PRINCIPES DE MESURE DE VITESSE 55
   2.1. Interférométrie 55
   2.2. Vidéo 55
   2.3. Méthode acoustique 56
3. CHOIX DE LA METHODE DE MESURE 57
4. CAMERA 57
   4.1. Caméra matricielle 58
   4.2. Caméra linéaire 58
   4.3. Choix du type de caméra 58
   4.4. Dimensionnement de la caméra 59
5. OBJECTIF [LAH,2002], [BLA,1999] 61
6. ECLAIRAGE [LAH,2002], [BLA,1999] 62
   6.1. Conception de l'éclairage 62
   6.2. Définition du besoin 65
7. REALISATION DU TUBE 66
8. CHOIX DES BILLES 67

9. PLATINE DE TRANSLATION 68
9.1. Erreurs de positionnement [DAV,2001] 68
9.2. Influence des erreurs 72
9.2.1. Angle de lacet 72
9.2.2. Angle de roulis 73
9.2.3. Angle de tangage 74
9.3. Méthodes de mesure des angles de lacet, roulis et tangage 76
9.4. Dimensionnement des dispositifs de mesure d'angle 76
10. MESURE DE LA TEMPERATURE 79
11. INTERFAÇAGE DU BANC 80
12. ETALONNAGE DES INSTRUMENTS 81
13. MESURE ET CALCUL DE LA VITESSE LIMITE 84
14. PROCEDURE DE MESURE DE LA VISCOSITE DYNAMIQUE 85

CHAPITRE III : INCERTITUDES 89
1. DEFINITIONS 92
2. METHODES DE CALCUL 93
3. ANALYSE DU PROCESSUS DE MESURE 95
4. CALCUL DES COMPOSANTES D'INCERTITUDE 97
4.1. Diamètre du tube (D) 97
4.2. Vitesse de chute de la bille (U_∞) 98
4.2.1. Bord de la bille (B_i) 99
4.2.2. Angle de lacet (β) 100
4.2.3. Distance entre l'axe de la platine et le bord du tube (h) 101
4.2.4. Distance entre l'axe de la platine et le centre du tube (P) 101
4.2.5. Position de la platine de translation (a_i) 102
4.2.6. Distance de déplacement de la platine (ΔL) 103
4.2.7. Résolution de la caméra (R_i) 104
4.2.8. Résolution moyenne de la caméra (R) 104
4.2.9. Intervalle de temps entre deux images (Δt) 105
4.2.10. Vitesse instantanée de la bille ($U_{i\infty}$) 105
4.2.11. Résultats 106
4.3. Diamètre de la bille (d) 107
4.4. Densité de la bille (ρ_b) 108
4.4.1. Masse de la bille (m_b) 108
4.4.2. Résultats 108
4.5. Densité de l'huile (ρ) 108
4.6. Accélération de la pesanteur (g) 109
4.7. Evolution de la température dans le tube (ΔT) 109
4.7.1. Température donnée par la sonde (T) 109
4.7.2. Résultats 110
4.8. Coefficient de température de l'huile ($\Delta\eta(T)$) 110
4.9. Fonction f définie par Faxen [FAX,1922] 111
5. PROPAGATION DES INCERTITUDES 112
5.1. Détermination de l'incertitude-type composée de η 112
5.1.1. Loi de propagation des incertitudes à l'ordre 1 112
5.1.2. Loi de propagation des incertitudes à l'ordre 2 114
5.2. Calcul de l'incertitude élargie 115
6. PROPAGATION DES DISTRIBUTIONS 116
7. RESULTATS ET DISCUSSION 118

CHAPITRE IV : RESULTATS 121
1. EXPERIENCES A DIFFERENTES TEMPERATURES 123
2. MESURE DE TRANSITOIRE 123
3. COEFFICIENT DE CORRECTION DE LA VITESSE DE CHUTE 125
4. MESURES SUR TROIS DECADES DE L'ECHELLE DE VISCOSITE 126

4.1. Huile C 126
4.2. Huile 350 128
4.3. Huile D30 130
5. CONCLUSIONS 131

CONCLUSIONS 133

BIBLIOGRAPHIE 141

ANNEXE 1 : ARCHITECTURE DU PROGRAMME D'ACQUISITION 147

ANNEXE 2 : DEUX POSITIONS SUCCESSIVES DU BORD DE LA BILLE 149

ANNEXE 3: DETERMINATION DU REGIME ETABLI PAR UNE METHODE STATISTIQUE 150

ANNEXE 4 : LOIS DE PROBABILITE USUELLES POUR LE CALCUL D'INCERTITUDE 152

ANNEXE 5 : LOI DE PROPAGATION DES INCERTITUDES 153

ANNEXE 6 : CALCUL D'INCERTITUDE SUR LA REGRESSION LINEAIRE 156

ANNEXE 7 : CALCUL D'INCERTITUDE SUR LA REGRESSION POLYNOMIALE DE DEGRE 2 . 157

ANNEXE 8 : DESIGN OF A HIGH PRECISION FALLING-BALL VISCOMETER (ARTICLE ACCEPTÉ DANS REVIEW OF SCIENTIFIC INSTRUMENTS) 159

ANNEXE 9 : ABSOLUTE FALLING-BALL VISCOMETER: EVALUATION OF MEASUREMENT UNCERTAINTY (ARTICLE ACCEPTÉ DANS LA REVUE MÉTROLOGIA) 165

ANNEXE 10 : DEVELOPPEMENT D'UN VISCOSIMETRE A CHUTE DE BILLE POUR LA MESURE DE LA VISCOSITE DES FLUIDES. 12EME CONGRES INTERNATIONAL DE METROLOGIE. LYON. 20-23 JUIN 2005. 175

Table des figures

Figure I.1 - Repère lié à la sphère 30
Figure I.2 - Vitesse du fluide autour de la sphère..... 35
Figure I.3 - Variation de la vitesse en fonction du temps..... 41
Figure I.4 - Calcul des différents coefficients de traînée par rapport à la formule de Stokes. 43
Figure I.5 - Mouvement de la particule dans un cylindre..... 44
Figure I.6 - Fonction d'excentricité 45
Figure I.7 - Comparaison entre les différentes corrections dues aux effets de bord. 47

Figure II.1 - Evolution de l'incertitude-type relative sur la viscosité 54
Figure II.2 - Méthode de mesure de vitesse par interférométrie 55
Figure II.3 - Méthode de mesure de vitesse par vidéo [LOM,2001] 56
Figure II.4 - Mesure de vitesse par méthode acoustique [MOR,2000] 56
Figure II.5 - Dispositif expérimental..... 57
Figure II.6 - Déplacement de la bille face à la caméra..... 59
Figure II.7 - Caméra 60
Figure II.8 - Comparaison entre un objectif conventionnel et un objectif télécentrique. 61
Figure II.9 - Objectif 61
Figure II.10 - Cartographie de la luminosité des points le long du capteur CCD 62
Figure II.11 - Différents types de faisceaux lumineux 63
Figure II.12 - Particules sous éclairage épiscopique et ombroscopique collimatés 64
Figure II.13 - Spectre 65
Figure II.14 - Eclairage : LED rouge munie d'un condenseur..... 66
Figure II.15 - Tube et lamelle en quartz..... 67
Figure II.16 - Billes de Nitrure de Silicium (2 mm à 10 mm)..... 67
Figure II.17 - Platine de translation..... 68
Figure II.18 - Angles de tangage, lacet et roulis..... 69
Figure II.19 - Erreur d'Abbe 70
Figure II.20 - Rotation de la caméra..... 70
Figure II.21 - Réduction du bras de levier..... 71
Figure II.22 - Erreurs de positionnement dues au tangage et au lacet..... 71
Figure II.23 - Equerre permettant de fixer la caméra sur la platine de translation, en réduisant le bras de levier 72
Figure II.24 - Influence de l'angle de lacet..... 73
Figure II.25 - Influence de l'angle de roulis 74
Figure II.26 - Influence de l'angle de tangage 75
Figure II.27 - Mesure des angles de lacet, roulis et tangage 76
Figure II.28 - Niveau électronique 77
Figure II.29 - Palpeur et bloc de granit..... 77
Figure II.30 - Mesure de γ..... 78
Figure II.31 - Elément sensible de la sonde de température..... 79
Figure II.32 - Evolution de la température dans le tube après mélange de l'huile..... 80
Figure II.33 - Mise au point sur la bille..... 81
Figure II.34 - Positionnement de la caméra..... 82
Figure II.35 - Erreur due à la sphéricité de la bille..... 83
Figure II.36 - Exemple de mesure de résolution le long du capteur CCD 84
Figure II.37 - Exemple de mesure de vitesse de chute sur la hauteur du tube 85
Figure II.38 - Banc expérimental de mesure de viscosité 87

Figure III.1 - Distribution des résultats de mesure..... 91

Figure III.2 - Lois de probabilité d'étendues 2c 92
Figure III.3 - Erreurs 92
Figure III.4 - Propagation des incertitudes 93
Figure III.5 - Propagation des distributions 94
Figure III.6 - Analyse du processus de mesure de la viscosité dynamique 96
Figure III.7 - Analyse du processus de mesure de la vitesse de chute de la bille 99
Figure III.8 - Analyse du processus de mesure du diamètre de la bille 107
Figure III.9 - Analyse du processus de mesure de la température 109
Figure III.10 - Contributions des paramètres (Huile D10) 114
Figure III.11 - Intervalle de confiance pour une distribution normale 116
Figure III.12 - Densité de probabilité de η avec un intervalle de confiance de 95% 118

Figure IV.1 - Vitesse d'une bille en acier de 7mm de diamètre comparée à la simulation numérique 124
Figure IV.2 - Comparaison des coefficients de paroi 126
Figure IV.3 - Contribution des paramètres (Huile C) 127
Figure IV.4 - Contribution des paramètres (Huile 350) 129
Figure IV.5 - Contribution des paramètres (Huile D30) 131

Liste des tableaux

Tableau I.1 - Résultats pour une sphère rigide accélérant à partir d'une vitesse nulle [CLI,1978] 40
Tableau I.2 - Valeurs de la fonction d'excentricité $f(2b_c/D)$ 45
Tableau I.3 - Augmentation de la traînée due à l'effet de bout 48

Tableau II.1 - Paramètres 54
Tableau II.2 - Paramètres de calcul du déplacement 60
Tableau II.3 - Incertitude-type sur l'angle de roulis 78

Tableau III.1 - Composantes d'incertitude de D 97
Tableau III.2 - Composantes d'incertitude de B_i 99
Tableau III.3 - Composantes d'incertitude de β 100
Tableau III.4 - Composantes d'incertitude de h 101
Tableau III.5 - Composantes d'incertitude de P 102
Tableau III.6 - Composantes d'incertitude de a_i 103
Tableau III.7 - Composantes d'incertitude de R_i 104
Tableau III.8 - Composantes d'incertitude de R 105
Tableau III.9 - Composantes d'incertitude de $U_{i\infty}$ 106
Tableau III.10 - Composantes d'incertitude de U_∞ 106
Tableau III.11 - Composantes d'incertitude de d 107
Tableau III.12 - Composantes d'incertitude de ρ_b 108
Tableau III.13 - Composantes d'incertitude de T 110
Tableau III.14 - Composantes d'incertitude de $\Delta\eta(T)$ 111
Tableau III.15 - Composantes d'incertitude de η (Huile D10) 113
Tableau III.16 - Densités de probabilité des grandeurs d'entrée 117
Tableau III.17 - Résultats obtenus par la loi de propagation des incertitudes et par la simulation numérique de Monte-Carlo 118
Tableau III.18 - Comparaison entre les résultats obtenus en utilisant un viscosimètre capillaire et le viscosimètre à chute de bille 119

Tableau IV.1 - Données expérimentales 124
Tableau IV.2 - Coefficient de paroi expérimental comparé à celui de Faxen 125
Tableau IV.3 -Composantes d'incertitude de η (Huile C) 127
Tableau IV.4 - Composantes d'incertitude de η (Huile 350) 129
Tableau IV.5 - Composantes d'incertitude de η (Huile D30) 130

Liste des Symboles

$\vec{A}$	Force de volume par unité de masse
a	Distance entre le pixel 0 du capteur CCD et le pixel activé (m)
a_i	Position de la platine de translation donnée par la règle optique (m)
$\bar{a}_i$	Répétabilité de la mesure de la règle optique de la platine (m)
B_i	Position du bord de la bille (Pixel)
b	Distance entre le pixel 0 du capteur CCD et l'axe de l'équerre (m)
b_c	Distance entre le centre de la sphère et l'axe du cylindre (m)
C	Constante caractéristique du viscosimètre capillaire ($mm^2.s^{-2}$)
C_D	Coefficient de traînée
C_d	Correction de dérive
C_h	Correction due à l'hystérésis
C_j	Correction de justesse
C_l	Correction due à la régression linéaire
C_p	Correction due à la régression polynomiale
C_q, C_{qi}	Correction due à la résolution de l'instrument
C_T	Correction de température
C_α	Correction due à l'angle de tangage
C_β	Correction due à l'angle de lacet
C_γ	Correction due à l'angle de roulis
c	Demi-étendue
D	Diamètre du tube (m)
De	Nombre de Deborah
D_γ	Distance entre les deux palpeurs (m)
$\bar{D}$	Répétabilité de la mesure du diamètre du tube D (m)
$\bar{\bar{D}}$	Tenseur des taux de déformation
d	Diamètre de la bille (m)
$\bar{d}$	Répétabilité de la mesure de d (m)
$E(x)$	Espérance mathématique d'une variable x
e	Distance entre l'axe de la platine et l'axe de la caméra (m)
G	Gradient de pression moteur
g	Accélération de la pesanteur ($m.s^{-2}$)
H	Offset d'Abbe
$H_{\gamma 1}$	Longueur mesurée par le premier palpeur (m)
$H_{\gamma 2}$	Longueur mesurée par le second palpeur (m)
h	Distance entre l'axe de la platine et le bord du tube (m)
$\bar{h}$	Répétabilité de la mesure de h (m)
$I_{p_r}(Y)$	Intervalle de confiance correspondant à une probabilité p_r
$\bar{\bar{I}}$	Tenseur identité
K_b	Coefficient de correction dû aux effets de bout

K_p	Coefficient de correction dû aux effets de paroi
k	Facteur d'élargissement
L	Echelle de longueur
M	Nombre d'échantillons
m_b	Masse de la bille (kg)
m_i	Moyenne "vraie"
P	Distance entre l'axe de la platine de translation et le centre du tube (m)
p	Pression
p_o	Pression de référence
p_i, p_r	Probabilité
p_m	Pression motrice
Re	Nombre de Reynolds basé sur le diamètre de la bille : $Re = \frac{\rho U_\infty d}{\eta}$
R	Résolution moyenne de la caméra (µm/Pixel)
R_b	Rayon de la bille (m)
R_i	Résolution de la caméra (µm/Pixel)
r_{ij}	Coefficient de corrélation de deux variables x_i et x_j
r_i	Résidus
s	Temps (Variable d'intégration)
s_i^2	Estimateur sans biais de la variance σ_i^2
t	Temps
T	Température donnée par la sonde (°C)
$\overline{T}$	Répétabilité de la mesure de température (°C)
U	Echelle de vitesse
$\vec{U}_{bc}$	Vitesse de la bille dans le champ de la caméra
$\vec{U}_c$	Vitesse de la caméra
$U_{i\infty}, U_\infty$	Vitesse limite de la bille ($m.s^{-2}$)
$U(x_i)$	Incertitude élargie de x_i
$u(x_i)$	Incertitude-type de x_i
$u(x_i, x_j)$	Covariance estimée associée à x_i et à x_j
u_r, u_θ, u_φ	Composantes sphériques
$u_c^2(x_i)$	Variance composée de x_i
$u^2(\eta)_{ordre1}$	Application de la loi de propagation des incertitudes en ne prenant en compte que les termes du premier ordre dans le développement en série de Taylor
$u^2(\eta)_{ordre2}$	Application de la loi de propagation des incertitudes en ajoutant les termes d'ordre 2 dans le développement en série de Taylor
$\vec{V}$	Vitesse du fluide
$V(x)$	Variance d'une variable x
W_s	Vitesse adimensionnelle
$\vec{w}$	Vecteur tourbillon
x, y, z	Composantes cartésiennes
x_i	Observations indépendantes
$\overline{x}$	Moyenne des valeurs
Y_{low}	Borne inférieure de l'intervalle de confiance

Y_{high}	Borne supérieure de l'intervalle de confiance
Z	Distance entre la sphère et la base du cylindre (m)
Z_m	Déplacement de la bille mesuré dans le champ de la caméra
Z_r	Déplacement réel de la bille
α	Angle de tangage (µrad)
β, β_i	Angle de lacet (µrad)
$\overline{\beta}$	Répétabilité de la mesure de l'angle de lacet (µrad)
Γ	Rapport entre la densité de la bille et la densité du fluide : $\frac{\rho_b}{\rho}$
γ	Angle de roulis (µrad)
Δh	Décalage vertical dû aux angles de tangage, lacet et roulis (m)
Δh_α	Erreur sur la position verticale de la bille due à l'angle de tangage (m)
Δh_β	Décalage vertical dû à l'angle de lacet (m)
ΔL	Distance de déplacement de la platine de translation (m)
Δl	Décalage latéral dû aux angles de tangage, lacet et roulis (m)
Δl_α	Erreur sur la position latérale de la bille due à l'angle de tangage (m)
Δl_γ	Erreur sur la position latérale de la bille due à l'angle de roulis (m)
ΔT	Evolution de la température dans le tube (°C)
Δt	Intervalle de temps entre deux images prises par la caméra (s)
$\Delta\eta(T)$	Coefficient de température de l'huile ($Pa.s.K^{-1}$)
Δz	Déplacement vertical de la bille (m)
δ	Erreur d'Abbe
δT	Ecart de température entre l'instrument de mesure et la température de référence (20°C) (°C)
ε_T	Coefficient de dilatation thermique ($°C^{-1}$)
η	Viscosité dynamique (Pa.s)
η_f	Viscosité calculée suivant le modèle de Van Vogel (Pa.s)
θ	Angle d'Abbe
λ	Coefficient de viscosité
ρ	Densité du fluide ($kg.m^{-3}$)
ρ_b	Densité de la bille ($kg.m^{-3}$)
σ	Temps adimensionnel : $\sigma = \frac{\nu s}{R_b^2}$
σ_i^2	Variance "vraie"
$\overline{\overline{\sigma}}$	Tenseur des contraintes
τ_s	Temps adimensionnel : $\tau_s = \frac{\nu t}{R_b^2}$
$\overline{\overline{\tau}}$	Tenseur des contraintes de viscosité
ν	Viscosité cinématique ($m^2.s^{-1}$)
ξ	Précision de la comparaison entre la loi de propagation des incertitudes et la simulation numérique de Monte Carlo
Ψ	Fonction de courant de Stokes
$\vec{\Omega}$	Vitesse angulaire de la sphère

Introduction

Les instances de métrologie s'organisent actuellement à l'échelle mondiale autour du BIPM (Bureau International des Poids et Mesures), de la CGPM (Conférence Générales des Poids et Mesures) et du CIPM (Comité International des Poids et Mesures) qui ont été créés en 1875 par le traité diplomatique de la Convention du Mètre conclu entre cinquante et une nations. Le BIPM travaille sous l'autorité de la Convention du Mètre. Il exerce son activité avec l'aide d'un certain nombre de Comités consultatifs dont les membres sont les laboratoires nationaux de métrologie des Etats membres de la Convention du Mètre. Il a pour mission d'assurer l'uniformité mondiale des mesures et leur traçabilité au Système International d'unités (SI).
En France, la métrologie s'organise autour du Laboratoire national de métrologie et d'essais avec les laboratoires nationaux :

- CEA / LNHB (Commissariat à l'Energie Atomique / Laboratoire National Henry Becquerel).
- CNAM / INM (Conservatoire National des Arts et Métiers / Institut National de Métrologie).
- Observatoire de Paris / SYRTE (Systèmes de Référence Temps-Espace).

L'organisme d'accréditation au niveau national est le COFRAC (comité français d'accréditation) qui est une association sans but lucratif créé en 1994. La métrologie légale est assurée par le Ministère de l'Industrie. Enfin, L'organisation de normalisation est prise en charge par l'AFNOR.

Le Laboratoire d'Essais du CNAM (Conservatoire National des Arts et Métiers) est créé le 9 juillet 1901. A ses débuts, le Laboratoire s'installe dans différents bâtiments du CNAM. Il est composé de cinq sections : essais physiques, essais des métaux, essais des matériaux de construction, essais de machines et essais botaniques.
En 1922, une extension à Colombes accueille l'ancienne section des essais botaniques, devenue la section chimie. Dans le même temps, la section de physique scinde ses activités entre la métrologie et la physique générale.
Son rôle en métrologie est confirmé par un arrêté du 11 août 1936, qui lui rattache le dépôt des étalons nationaux du système métrique.
Le Laboratoire s'installe rue Gaston Boissier en 1954 où il développe ses activités, en particulier dans le domaine de la métrologie chimique : il se verra ainsi désigné en 1975 par le Bureau National de Métrologie comme un des cinq laboratoires primaires détenteurs des étalons nationaux.
Le 10 janvier 1978, la loi Scrivener sur la protection et l'information des consommateurs confère au Laboratoire le statut d'Etablissement Public à caractère Industriel et Commercial (EPIC) rattaché au ministère de l'Industrie.
En 1985, le Laboratoire transfère une partie de ses activités vers son nouveau site de Trappes-Elancourt. En parallèle, le LNE s'installe dans les régions, avec la création successive de délégations à Douai, Nîmes et Poitiers et une antenne G-MED à Saint-Etienne, puis Toulouse en 2003 avec la reprise des activités du LCIE (Laboratoire Central des Industries de l'Electricité).
En 2001, le LNE se développe à l'international avec la création de LNE-Asia, implantée à Hong-Kong.
En 2003, il consolide deux de ses principales activités en acquérant, dans le domaine de la certification, les activités de G-MED/LCIE relatives aux dispositifs électromédicaux, et dans le domaine de la métrologie, le centre d'étalonnage du LCIE en métrologie électrique.

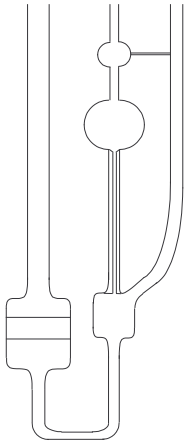
En novembre 2004, un nouveau bâtiment dédié aux activités de recherche et développement est inauguré sur le site de Trappes.
Début 2005, les pouvoirs publics ont confié la responsabilité de la métrologie française au LNE, mission qu'il accomplira en s'appuyant sur un Comité de la Métrologie. Le LNE est rebaptisé Laboratoire national de métrologie et d'essais et le Bureau National de Métrologie (BNM) qui assurait cette responsabilité depuis 1969 est dissous.

Le laboratoire primaire de viscosité du LNE fournit des huiles de référence, et étalonne des viscosimètres à tube capillaire de toutes natures pour assurer le raccordement aux étalons nationaux. Il développe des moyens matériels et des procédures qui lui permettent de matérialiser l'échelle nationale de viscosité [MEG,1996]. La mise en place de cette échelle s'effectue au moyen de différents fluides Newtoniens et de différents viscosimètres capillaires. L'étalon de viscosité reconnu internationalement est la viscosité de l'eau à 20 °C et à la pression atmosphérique (0,101325 MPa) [VIS,1998] :

$$\eta = 1{,}0016 \pm 0{,}0017 \quad \text{mPa.s}$$

$$\nu = 1{,}0034 \pm 0{,}0017 \quad \text{mm}^2.\text{s}^{-1}$$

Cette valeur est issue des travaux de Swinguells, Code et Godfrain [SWI,1952] qui ont utilisé un viscosimètre capillaire.
Les capillaires utilisés pour matérialiser l'échelle et mesurer la viscosité des fluides sont des viscosimètres de type Ubbelohde à niveau suspendu :



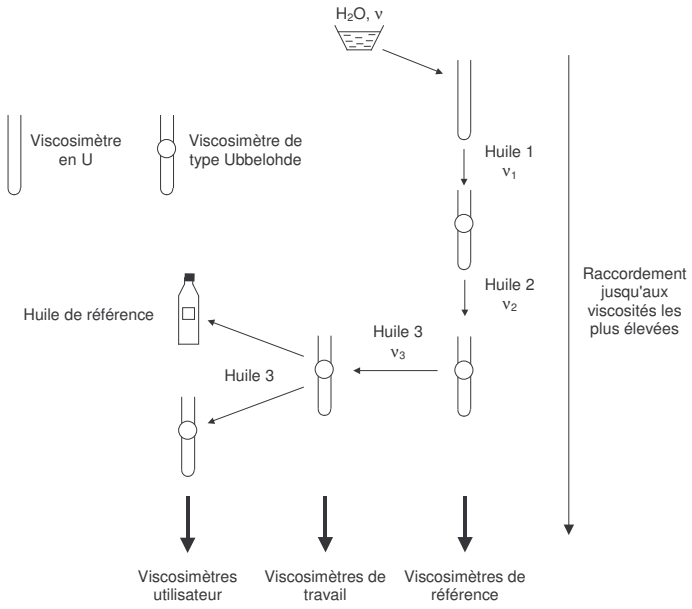
Viscosimètre de type Ubbelohde

Le principe d'un viscosimètre à tube capillaire est basé sur l'application de la loi de Poiseuille qui permet de calculer la viscosité d'un fluide Newtonien, pour un écoulement laminaire dans un tube de section circulaire. La viscosité cinématique, ν, s'écrit alors :

$$\nu = Ct$$

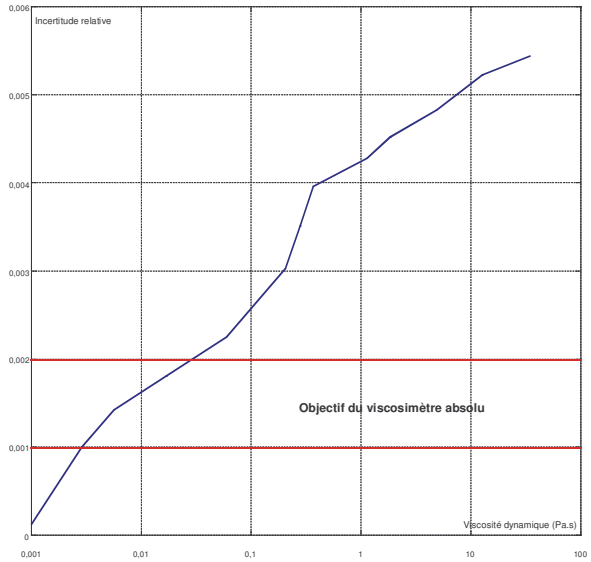
où t le temps d'écoulement et C une constante caractéristique du viscosimètre capillaire. La mesure de la viscosité du fluide est donc obtenue en mesurant son temps d'écoulement dans le tube capillaire.

La matérialisation de l'échelle nationale de viscosité repose donc sur la viscosité cinématique de l'eau bidistillée à 20 °C. A partir de cette mesure matérialisée, et en utilisant des viscosimètres et des fluides différents, on construit pas à pas l'échelle par extrapolations successives : procédure dite de "step-up".
Un viscosimètre en "U" est étalonné en connaissant la viscosité de l'eau bidistillée à 20°C. En mesurant le temps d'écoulement de l'eau, on calcule la constante C caractéristique de ce viscosimètre. Avec ce même viscosimètre on étalonne une huile un peu plus visqueuse. Cette huile devient une huile étalon qui sert à calculer la constante d'un second viscosimètre de type Ubbelohde, etc...



Echelle de viscosité

Le principal inconvénient de la viscosimétrie capillaire, est par conséquent, l'augmentation de l'incertitude à chaque étape de la procédure. Cette méthode comparative repose donc sur la viscosité de l'eau qui est elle-même une valeur soumise à des incertitudes [COL,1983], et contestée par une partie de la communauté scientifique.



Augmentation de l'incertitude dans l'échelle capillaire

Il paraît donc important de mettre en place un viscosimètre absolu, permettant d'une part de couvrir une large étendue de mesure de viscosité tout en gardant une faible incertitude, mais aussi d'assurer la traçabilité aux grandeurs de base du Système International.

Nous avons décidé de développer une méthode basée sur la chute d'une bille dans un fluide car cette méthode est simple de mise en œuvre et elle permet d'obtenir la meilleure incertitude. Son principe de fonctionnement est simple. Une sphère solide rigide, de diamètre d et de masse volumique ρ_b, tombe sous l'effet de la gravité dans le liquide Newtonien étudié, de masse volumique ρ et de coefficient de viscosité η. Pour des fluides Newtoniens, le principe de mesure repose sur l'équilibre relatif entre les forces de pression, de viscosité et de pesanteur.

De nombreux auteurs ont travaillé sur la chute de bille dans des fluides et il est impossible de tous les répertorier. Cependant peu d'entre eux ont considéré l'aspect métrologique. Oh et al. [OH,1995] présentent des mesures de viscosité pour des huiles d'environ 10 Pa.s avec une incertitude de 0,65%. Flude et Daborn [FLU,1982], du NPL (National Physical Laboratory), ont conçu un viscosimètre à chute de bille et comparé les résultats ainsi que les incertitudes de mesure à ceux obtenus par viscosimétrie capillaire pour deux huiles de 5 Pa.s et 23 Pa.s. Ils ont obtenu des écarts de 0,4% à 0,6% entre les deux méthodes et une incertitude sur la mesure avec le viscosimètre à chute de bille de 0,5%. Cependant, ils ne donnent pas d'informations sur la manière dont ils ont développé leur calcul d'incertitude.
Le banc que nous avons mis au point nous permet de réduire les incertitudes, pour cette gamme de viscosité, à 0.1%. Les mesures sont effectuées pour des viscosités allant de 0.1 à 100 Pa.s. Enfin, le calcul d'incertitude est mené en utilisant deux méthodes de calcul différentes (Propagations des incertitudes et méthode numérique de Monte-Carlo), en suivant les recommandations du GUM [GUM,2004].

Nous nous intéressons dans le chapitre I aux équations qui régissent le mouvement de la bille afin d'obtenir la relation nous permettant de calculer la viscosité dynamique du fluide étudié.

Le chapitre II décrit la conception complète du banc expérimental de mesure de viscosité en présentant les méthodes de mesure de vitesse existantes, notre choix et les différents éléments qui composent le banc.

Dans le chapitre III, nous présentons la caractérisation métrologique du banc expérimental. Le calcul d'incertitudes est développé en utilisant deux méthodes distinctes décrites par le GUM [GUM,1999]. Tout d'abord le calcul est effectué en utilisant la loi de propagation des incertitudes. Ensuite, nous avons calculé les incertitudes de mesures en utilisant la simulation numérique de Monte-Carlo. Ces deux résultats sont alors comparés.

Enfin, le chapitre IV présente la comparaison entre les mesures faites sur toute l'échelle de viscosité avec le viscosimètre à chute de bille et la viscosimétrie capillaire.

Chapitre I :
Théorie

Dans ce chapitre, nous allons nous intéresser aux équations qui régissent le mouvement de la bille afin d'obtenir la relation nous permettant de calculer la viscosité dynamique du fluide étudié. Dans un premier temps, nous regarderons les équations du mouvement d'un fluide Newtonien, l'écoulement d'un fluide autour d'une sphère et enfin le mouvement d'une sphère dans un fluide au repos. Pour terminer, nous présenterons les différentes corrections permettant de corriger la vitesse de chute de la bille, pour tenir compte de l'influence des parois du tube.

1. Equations de bilan du mouvement d'un fluide Newtonien [HAP,1983]

1.1. Conservation de la masse

L'équation de conservation de la masse s'écrit de la manière suivante :

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \vec{\nabla}.(\rho\vec{V}) = 0 \qquad (1)$$

$\vec{V}$: Vitesse du fluide

ρ : Densité du fluide

Pour un fluide subissant une transformation isochore, la densité ρ est constante.

On a donc :

$$\vec{\nabla}.\vec{V} = 0 \qquad (2)$$

1.2. Bilan de quantité de mouvement

Le bilan de quantité de mouvement est donné par la relation :

$$\rho\frac{D\vec{V}}{Dt} = \rho\vec{A} + \vec{\nabla}.\overline{\overline{\sigma}} \qquad (3)$$

où $\frac{D\vec{V}}{Dt} = \frac{\partial\vec{V}}{\partial t} + \vec{V}.\vec{\nabla}\vec{V}$ est la dérivée particulaire.

$\rho\vec{A}$: Force de volume par unité de masse

$\overline{\overline{\sigma}}$: tenseur des contraintes

Pour un fluide Newtonien, le tenseur des contraintes s'écrit :

$$\overline{\overline{\sigma}} = -p\,\overline{\overline{I}} + \overline{\overline{\tau}}$$

p : pression

$\overline{\overline{\tau}}$: tenseur des contraintes de viscosité

$\overline{\overline{I}}$: tenseur identité

$$\overline{\overline{\tau}} = \lambda(\vec{\nabla}.\vec{V})\,\overline{\overline{I}} + 2\eta\,\overline{\overline{D}} \qquad (4)$$

λ et η sont les coefficients de viscosité et sont liés par la relation de Stokes:

$$3\lambda + 2\eta = 0$$

$\overline{\overline{D}}$: tenseur des taux de déformation

$$\overline{\overline{D}} = \frac{1}{2}(\overline{\overline{\nabla}}\,\vec{V} + {}^{t}\overline{\overline{\nabla}}\,\vec{V})$$

L'équation 3, devient

$$\rho\frac{D\vec{V}}{Dt} = \rho\vec{A} - \vec{\nabla}p + \vec{\nabla}.\overline{\overline{\tau}}$$

$\rho\frac{D\vec{V}}{Dt}$: accélération

$\vec{\nabla}p$: gradient de pression

$\vec{\nabla}.\overline{\overline{\tau}}$: forces de viscosité

La force de pesanteur s'écrit:

$$\rho\vec{A} = -\rho g\vec{\nabla}z$$

où le z correspond à la direction verticale (Positif vers le haut).
Finalement, on obtient l'équation de Navier-Stokes

$$\rho\left[\frac{\partial\vec{V}}{\partial t} + \vec{V}.\vec{\nabla}\vec{V})\right] = -\vec{\nabla}(p_m) + \eta\nabla^2\vec{V} \qquad (5)$$

$$\vec{\nabla}.\vec{V} = 0$$

où $p_m = p + \rho gz$ représente la pression motrice.

1.3. Equations de Navier-Stokes

Les conditions aux limites d'un problème permettent généralement de dégager des échelles de longueur L et de vitesse U. De plus, on a généralement accès au gradient de pression moteur G, de sorte que la pression peut se mettre sous la forme adimensionnelle suivante :

$$p_m^* = \frac{p_m - p_0}{GL}$$

p_m est la pression totale incorporant le terme de gravité.
p_0 est le niveau de pression de référence.

On note avec un astérisque les grandeurs et les gradients sans dimension :

$$\vec{V} = U\vec{V}^*$$

$$X = LX^*$$

l'équation de continuité (1) devient :

$$\vec{\nabla}^*.\vec{V}^* = 0$$

et l'équation de Navier-Stokes (5) se ramène à :

$$\frac{\rho UL}{\eta}(\vec{V}^*.\vec{\nabla}^*)\vec{V}^* = -\frac{GL^2}{\eta U}\vec{\nabla}^* p_m^* + \vec{\nabla}^{*2}\vec{V}^*$$
$$\mathrm{Re}(\vec{V}^*.\vec{\nabla}^*)\vec{V}^* = -\frac{GL^2}{\eta U}\vec{\nabla}^* p_m^* + \vec{\nabla}^{*2}\vec{V}^* \qquad (6)$$

Dans le cas limite où $\mathrm{Re} \to 0$ (écoulements rampants), l'équilibre est réalisé entre le gradient de pression et les contraintes visqueuses. L'inertie liée au mouvement convectif est négligeable devant ces deux termes. L'échelle naturelle du gradient de pression G devient alors $\frac{\eta U}{L^2}$ puisque les deux termes restant à l'équilibre doivent être du même ordre de grandeur. Avec cette nouvelle échelle, l'équation de la dynamique (6) est approchée par :

$$\vec{\nabla}^* p_m^* \approx \nabla^{*2}\vec{V}^* = -\vec{\nabla}^* \times \vec{w}^* \qquad (7)$$

$\vec{w}$ est le vecteur tourbillon (rotationnel du champ de vitesse) :
$\vec{w} = \vec{\nabla} \times \vec{V}$

- Si on prend la divergence de l'équation 7 en laissant de côté les notations adimensionnelles, il apparaît que la pression est harmonique :
  $$\nabla^2 p_m = 0 \qquad (8)$$

- Si on prend le rotationnel de l'équation 7 et en usant de $\vec{\nabla}.\vec{w} = 0$ provenant de l'équation de continuité, on montre qu'il en est de même pour le vecteur tourbillon :
  $$\nabla^2 \vec{w} = \vec{0} \qquad (9)$$

2. Ecoulement autour d'une sphère en milieu illimité [CLI,1978]

2.1. Solution de Stokes

On considère l'écoulement à faible nombre de Reynolds ($\mathrm{Re} << 1$) autour d'une sphère de rayon R_b. Le fluide est considéré comme incompressible. On cherche une solution axisymétrique dans la limite des faibles nombres de Reynolds ($\mathrm{Re} \to 0$).
Pour résoudre ce problème, on se place dans le repère de la sphère (Figure I.1). Le système de coordonnées sphériques utilisé a pour origine le centre de la sphère ($0 \le r \le \infty, 0 \le \theta \le \pi, 0 \le \varphi \le 2\pi$). L'axe z se confond avec la direction de la vitesse. On considère la sphère fixe tandis que le fluide s'écoule autour de celle-ci.
Le fluide s'écoule autour de la sphère avec une vitesse constante U. En coordonnées sphériques, le champ de vitesse s'écrit :

$$\vec{V} = \begin{pmatrix} V_r \\ V_\theta \\ V_\varphi \end{pmatrix}$$

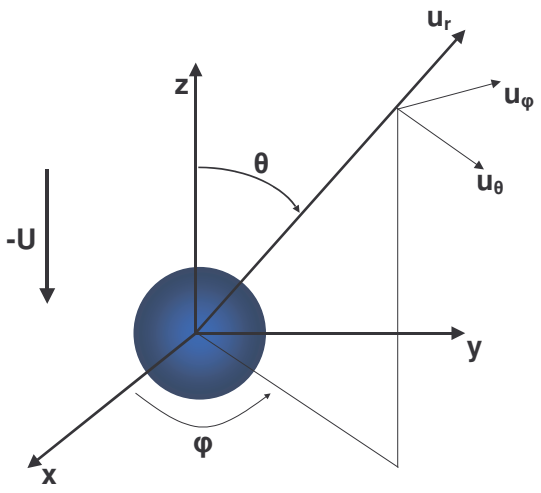


Figure I.1 - Repère lié à la sphère

Les conditions à l'infini sont les suivantes :

$$\vec{V} = -U\vec{i}_z \qquad r \to \infty$$

$$p = p_0 \qquad r \to \infty$$

Le problème est axisymétrique :

$$V_\varphi = 0$$

$$\frac{\partial .}{\partial \varphi} = 0$$

Les composantes de la vitesse sont donc :

$V_r = V_r(r,\theta)$

$V_\theta = V_\theta(r,\theta)$

$V_\varphi = 0$

Les conditions aux limites du problème sont les suivantes :

- A la surface de la sphère :

  $V_r = 0$ pour $r = R_b$

  $V_\theta = 0$ pour $r = R_b$

- A l'infini :

  $V_r \to -U\cos\theta$ pour $r \to \infty$

  $V_\theta \to U\sin\theta$ pour $r \to \infty$

Le champ de vitesse est calculé à partir de l'équation de la dynamique qui s'écrit dans le cas permanent rampant (9):

$$\nabla^2 \vec{w} = \vec{0}$$

Cette équation est transformée à l'aide de l'identité :

$$\nabla^2\vec{w} = \vec{\nabla}(\vec{\nabla}.\vec{w}) - \vec{\nabla}\times(\vec{\nabla}\times\vec{w})$$

Or $\vec{\nabla}.\vec{w} = 0$ car $\vec{w}$ est un rotationnel.
On obtient donc :

$$\vec{\nabla}\times(\vec{\nabla}\times\vec{w}) = \vec{0} \qquad (10)$$

pour un écoulement axisymétrique, le vecteur tourbillon se réduit à la seule composante i_φ :

$$\vec{w} = \left[\frac{1}{r}\frac{\partial(rV_\theta)}{\partial r} - \frac{\partial V_r}{\partial\theta}\right]\vec{i}_\varphi = w\vec{i}_\varphi$$

On introduit la fonction de courant de Stokes $\Psi(r,\theta)$:

$$V_r = \frac{1}{r^2\sin\theta}\frac{\partial\Psi}{\partial\theta}$$

$$V_\theta = \frac{-1}{r\sin\theta}\frac{\partial\Psi}{\partial r}$$

Il apparaît :

$$w = \frac{-E^2(\Psi)}{r\sin\theta}$$

où l'opérateur E(.) est défini par :

$$E^2(.) = \frac{\partial^2.}{\partial r^2} + \frac{1}{r^2}\frac{\partial^2.}{\partial\theta^2} - \frac{\cot g\theta}{r^2}\frac{\partial.}{\partial\theta} \qquad (11)$$

L'équation 10 se ramène à :

$$\begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ \dfrac{-E^4(\Psi)}{r\sin\theta} \end{pmatrix} = \vec{0}$$

$E^4(.)$ signifie la double application de l'opérateur $E^2(.)$.

Pour un écoulement axisymétrique, l'équation de la dynamique (7) peut s'écrire en termes de fonction de courant de Stokes :

$$E^4(\Psi) = 0 \qquad (12)$$

Compte tenu des conditions aux limites, lorsque $r \to \infty$, on doit avoir :

$$\Psi \to -\frac{1}{2}Ur^2\sin^2\theta$$

La fonction de courant Ψ doit donc évoluer comme $\sin^2\theta$.
On pose :

$$\Psi = f(r)\sin^2\theta \qquad (13)$$

Les conditions aux limites deviennent :

$f(r)=0$ pour $r=R_b$
$f'(r)=0$ pour $r=R_b$
$\dfrac{f(r)}{r^2} \approx -\dfrac{1}{2}U$ pour $r \to \infty$

D'après les équations 11 et 13, on obtient :

$$E^2(\Psi) = \sin^2\theta\left(f'' - \frac{2f}{r^2}\right)$$

on pose $g = f'' - \frac{2f}{r^2}$

Finalement :

$$E^4(\Psi) = \sin^2\theta\left(g'' - \frac{2g}{r^2}\right) = 0$$

On aboutit à une équation différentielle d'Euler :

$$r^4 f^{(4)} - 4r^2 f'' + 8rf' - 8f = 0$$

qui a pour solution :

$$f = Ar^4 + Br + Cr^2 + \frac{D}{r}$$

où A, B, C et D sont des constantes à déterminer avec les conditions aux limites.
L'allure des solutions en vitesses est par conséquent :

$$\Psi = \left(Ar^4 + Br + Cr^2 + \frac{D}{r}\right)\sin^2\theta$$

$$V_r = 2\cos\theta\left[Ar^2 + \frac{B}{r} + C + \frac{D}{r^3}\right] \qquad (14)$$

$$V_\theta = -\sin\theta\left[4Ar^2 + \frac{B}{r} + 2C - \frac{D}{r^3}\right]$$

La vitesse doit rester finie lorsque $r \to \infty$, donc A=0.
Avec les conditions aux limites, on obtient :

$$B = \frac{3}{4}UR_b$$

$$C = -\frac{U}{2}$$

$$D = \frac{-UR_b^3}{4}$$

Les équations 14 deviennent :

$$\Psi = UR^2\left[-\frac{1}{2}\left(\frac{r}{R_b}\right)^2 + \frac{3}{4}\left(\frac{r}{R_b}\right) - \frac{1}{4}\left(\frac{R_b}{r}\right)\right]\sin^2\theta$$

$$V_r = -U\left[1 - \frac{3}{2}\left(\frac{R_b}{r}\right) + \frac{1}{2}\left(\frac{R_b}{r}\right)^3\right]\cos\theta \qquad (15)$$

$$V_\theta = U\left[1 - \frac{3}{4}\left(\frac{R_b}{r}\right) - \frac{1}{4}\left(\frac{R_b}{r}\right)^3\right]\sin\theta$$

Il reste à évaluer la pression. Pour cela, on utilise l'équation de la dynamique à faible nombre de Reynolds (Equation 7) :

$$\vec{\nabla} p_m = \nabla^2 \vec{V}$$

Avec les vitesses calculées précédemment, il vient :

$$p = p_0 + \frac{3}{2}\frac{\eta U R_b \cos\theta}{r^2} \tag{16}$$

2.2. Calcul de la résultante des forces sur la sphère (Re=0)

La résultante des forces de surface sur la sphère s'exprime par la relation :

$$\vec{F}_{sur\ sphère} = \int_{\Sigma} \overline{\overline{\sigma}}.\vec{n}\ dS \tag{17}$$

$$\overline{\overline{\sigma}} = -p\,\overline{\overline{I}} + \overline{\overline{\tau}}$$

Dans notre cas l'équation 4 se réduit $\overline{\overline{\tau}} = 2\eta\,\overline{\overline{D}}$ car $\vec{\nabla}.\vec{V} = 0$ (Equation 1)

$$\overline{\overline{\sigma}}.\vec{n} = -p\,\vec{i}_r + \tau_{rr}\,\vec{i}_r + \tau_{r\theta}\,\vec{i}_\theta + \tau_{r\varphi}\,\vec{i}_\varphi$$

où $\vec{n}$ est la normale à la sphère sortante.

Avec le champ de vitesse axisymétrique, la composante du tenseur des contraintes $\tau_{r\varphi}$ est nulle. La composante de $\vec{F}$ suivant la direction de la vitesse U est la seule non nulle, et vaut :

$$F_z = \int_{\Sigma} (-p\cos\theta + \tau_{rr}\cos\theta + \tau_{r\theta}\sin\theta)dS$$

où dS représente l'élément de surface de la sphère :

$$dS = r^2 \sin\theta\ d\theta\ d\varphi$$

La contrainte visqueuse normale est par conséquent :

$$\tau_{rr} = 2\eta\frac{\partial V_r}{\partial r}$$

et la contrainte visqueuse tangentielle :

$$\tau_{r\theta} = \eta\left[r\frac{\partial}{\partial r}\left(\frac{V_\theta}{r}\right) + \frac{1}{r}\frac{\partial V_r}{\partial \theta}\right]$$

Finalement, la contribution de la pression vaut, en remplaçant p par l'expression donnée par l'équation 16 :

$$F_z^p = -2\pi\eta R_b U$$

La contribution de la contrainte visqueuse normale est :

$$F_z^{\tau_{rr}} = 0$$

A la surface de la sphère , la composante de la vitesse V_r est nulle. Par conséquent, les contraintes visqueuses normales sont nulles.

Contribution de la contrainte visqueuse tangentielle :

$$F_z^{\tau_{r\theta}} = -4\pi\eta R_b U$$

La force de traînée résultante est donc (Formule de Stokes) :

$$\vec{F}_z = -6\pi\eta R_b U \vec{i}_z \qquad (18)$$

2.3. Calcul du coefficient de traînée

On a vu que les équations de Navier-Stokes peuvent être résolues dans le cas des écoulements rampants, afin d'obtenir la force de traînée de Stokes (18):

$$F = 6\pi\eta R_b U$$

Soit F' la force projetée par unité de surface dans un plan perpendiculaire à la direction du mouvement :

$$F' = \frac{6\pi\eta R_b U}{\pi R_b^2} = \frac{6\eta U}{R_b} = \frac{12\eta U}{d}$$

d : Diamètre de la sphère

Le coefficient de traînée C_D est obtenu en rendant F' adimensionnel.

$$C_D = \frac{F'}{\frac{1}{2}\rho U^2} = \frac{24\eta}{\rho d U}$$

Le nombre de Reynolds étant défini comme $Re = \frac{\rho U d}{\eta}$, on obtient finalement :

$$C_D = \frac{24}{Re} \qquad \text{ou} \qquad F = C_D \pi R_b^2 \frac{1}{2}\rho U^2 \qquad (19)$$

3. Equation du mouvement de la sphère [CLI,1978]

3.1. Mouvement rampant instationnaire autour d'une sphère

La solution a été développée par Basset [BAS,1888]. Le repère utilisé est le même que sur la Figure I.1 (Coordonnées sphériques). La vitesse du fluide vaut -U(t) loin de la sphère (Figure I.2).

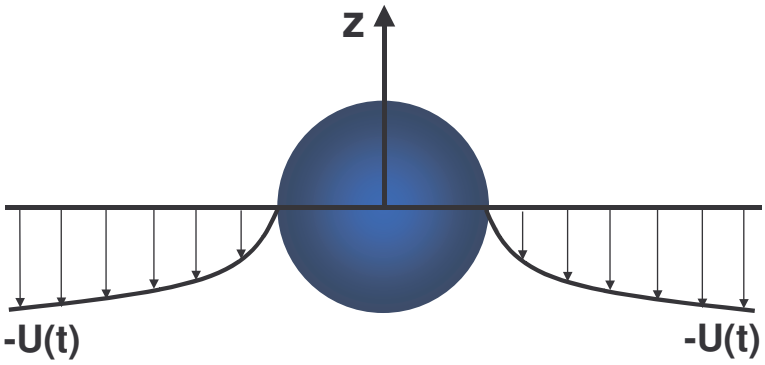


Figure I.2 - Vitesse du fluide autour de la sphère

Comme dans le cas du régime stationnaire, les solutions analytiques pour le régime instationnaire ne sont valables que dans le cas des écoulements rampants (le nombre de Reynolds de la sphère $Re = \frac{\rho U d}{\eta} < 0{,}1$).

En appliquant l'opérateur rotationnel à l'équation de Navier-Stokes (Equation 5), on obtient l'équation du tourbillon :

$$\frac{\partial \vec{w}}{\partial t} + \left(\overline{\overline{\nabla}}\,\vec{w}\right)\vec{V} = \left(\overline{\overline{\nabla}}\,\vec{V}\right)\vec{w} + \nu\Delta\vec{w} \tag{20}$$

Dans le cas d'un écoulement axisymétrique, $\left(\overline{\overline{\nabla}}\,\vec{V}\right)\vec{w} = 0$, et si $Re \to 0$, le terme $\left(\overline{\overline{\nabla}}\,\vec{w}\right)\vec{V}$ est négligé.

L'équation qui régit le mouvement dans le cas d'un écoulement rampant axisymétrique est :

$$\frac{\partial \vec{w}}{\partial t} = \nu\Delta\vec{w} \tag{21}$$

ou, avec la fonction de courant de Stokes :

$$\frac{\partial\left(E^2(\Psi)\right)}{\partial t} = \nu E^4(\Psi) \tag{22}$$

On recherche une solution axisymétrique de la forme :

$$\Psi(r,\theta,t) = F(r,t)\sin^2\theta$$

alors,

$$E^2(\Psi) = \sin^2\theta\left[F'' - 2\frac{F}{r^2}\right] \qquad \text{avec } F' = \frac{\partial F}{\partial r} \text{ et } F'' = \frac{\partial^2 F}{\partial r^2}$$

et,

$$E^4(\Psi) = \sin^2\theta\left[f'' - 2\frac{f}{r^2}\right] \qquad \text{avec } f = F'' - 2\frac{F}{r^2}$$

L'équation 22 devient :

$$\frac{\partial f}{\partial t} = \nu f'' - 2\nu\frac{f}{r^2} \tag{23}$$

On pose $N = \nu f - \frac{\partial F}{\partial t}$

Cette fonction obéit à,

$$\frac{\partial^2 N}{\partial r^2} - 2\frac{N}{r^2} = \nu\frac{\partial^2 f}{\partial r^2} - 2\nu\frac{f}{r^2} - \frac{\partial}{\partial t}\left(\frac{\partial^2 F}{\partial r^2} - 2\frac{F}{r^2}\right)$$

$$= \nu\frac{\partial^2 f}{\partial r^2} - 2\nu\frac{f}{r^2} - \frac{\partial f}{\partial t} = 0$$

d'après l'équation 23 et la solution générale s'écrit : $N = C_1(t)r^2 + \frac{C_2(t)}{r}$.

Le problème se ramène à la résolution de :

$$\nu f - \frac{\partial F}{\partial t} = C_1(t)r^2 + \frac{C_2(t)}{r}, \qquad (24)$$

dont la solution peut être constituée à partir :

- d'une solution particulière de l'équation 24, qui est de la forme :

  $F_0(r,t) = \frac{B(t)}{r} + A(t)r^2$ avec $C_1 = -\frac{dA}{dt}$ et $C_2 = -\frac{dB}{dt}$

- d'une solution générale de

  $$\nu f - \frac{\partial F}{\partial t} = \nu\left(F'' - \frac{2}{r^2}F\right) - \frac{\partial F}{\partial t} = 0 \qquad (25)$$

  Pour l'obtenir, on pose $F_1(r,t) = \frac{\partial F}{\partial r} + \frac{F}{r} = \frac{1}{r}\frac{\partial(rF)}{\partial r}$

  alors, $f_1 = \frac{\partial F_1}{\partial r} - \frac{F_1}{r}$ et l'équation 25 devient :

  $$\nu\left[\frac{\partial F_1}{\partial r} - \frac{F_1}{r}\right] = \frac{\partial F}{\partial t} \qquad (26)$$

  D'après la définition de F_1 et en usant de l'équation 26 :

  $$\frac{\partial F_1}{\partial t} = \frac{1}{r}\frac{\partial^2[rF]}{\partial t\partial r} = \frac{1}{r}\frac{\partial}{\partial r}\left[r\frac{\partial F}{\partial t}\right] = \nu\frac{1}{r}\frac{\partial}{\partial r}\left[r\frac{\partial F_1}{\partial r} - F_1\right] = \nu\frac{\partial^2 F_1}{\partial r^2}$$

  en intégrant l'expression de rF_1 entre R_b et r, il vient :

  $$rF = R_b F(R_b, t) + \int_{R_b}^{r} rF_1 dr$$

La solution complète de l'équation 24 est donc :

$$F(r,t) = \frac{B(t)}{r} + A(t)r^2 + \frac{R_b}{r}F(R_b,t) + \frac{1}{r}\int_{R_b}^{r} rF_1$$

Les conditions aux limites du problème sont les suivantes :

- A la surface de la sphère :

  $V_r = 0$ pour $r = R_b$ donc $F(R_b,t) = 0$ et $B(t) = -R_b^3 A(t)$

$$V_\theta = 0 \qquad \text{pour } r = R_b \qquad \text{donc } F_1(R_b, t) = -3R_b A(t)$$

- A l'infini

$$\lim_{r\to+\infty} V_r = -U(t)\cos\theta = \lim_{r\to+\infty} \frac{2F(r,t)\cos\theta}{r^2}$$

$$\lim_{r\to+\infty} V_\theta = +U(t)\sin\theta = \lim_{r\to+\infty} \frac{-\sin\theta}{r}\frac{\partial F}{\partial r}$$

Ces deux conditions conduisent à $A(t) = -\dfrac{U(t)}{2}$

On obtient donc l'expression de F :

$$F(r,t) = -\frac{U(t)}{2}\left[r^2 - \frac{R_b^3}{r}\right] + \frac{1}{r}\int_{R_b}^{r} rF_1 dr$$

Il reste à évaluer F_1 qui obéit au système suivant :

$$\frac{\partial F_1}{\partial t} = \nu\frac{\partial^2 F_1}{\partial r^2}$$

$$F_1(r,t) \to 0 \qquad \text{quand } r \to \infty, \forall t$$

$$F_1(R_b t) = \frac{3R_b U(t)}{2}, \forall t$$

avec la condition initiale $F_1(r,0) = H(r)$ déduite du champ de vitesse à l'instant origine en usant de la définition de $F_1 = \dfrac{1}{r}\dfrac{\partial(rF)}{\partial r}$.

Cette équation a pour solution :

$$2\sqrt{\pi\nu}F_1(r,t) = \frac{3}{2}R_b\int_o^t U(\tau)\frac{r-R_b}{(t-\tau)^{\frac{3}{2}}}e^{-\frac{(r-R_b)^2}{4\nu(t-\tau)}}d\tau + \frac{1}{\sqrt{t}}\int_{R_b}^{\infty} H\left(\frac{x-r}{\nu}\right)\left[e^{-\frac{(x-r)^2}{4\nu t}} - e^{-\frac{(x+r-2R_b)^2}{4\nu t}}\right]dx$$

On se place dans le cas particulier d'un milieu fluide initialement au repos.

On introduit la variable $X^2 = \dfrac{(r-R_b)^2}{4\nu(t-\tau)}$, alors

$$F_1(r,t) = \frac{3R_b}{\sqrt{\pi}}\int_{\frac{r-R_b}{2\sqrt{\nu t}}}^{\infty} U(X)e^{-X^2}dX \qquad \text{où } U(X) = U\left(t - \frac{(r-R_b)^2}{4\nu X^2}\right)$$

En intégrant par partie, il vient :

$$F_1(r,t) = -\frac{3R_b}{2}\left[U(t) - \int_{\frac{r-R_b}{2\sqrt{\nu t}}}^{\infty}\frac{dU}{dX}\operatorname{erf}(X)dX\right] \qquad \text{où } \operatorname{erf}(X) = \frac{2}{\sqrt{\pi}}\int_0^X e^{-\tau^2}d\tau \qquad (27)$$

On obtient donc la solution,

$$F(r,t) = -\frac{U(t)r^2}{2}\left[1+\frac{R_b^3}{2r^3}-\frac{3R_b}{2r}\right]+\frac{3R_b}{2}\frac{1}{r}\int_{R_b}^{r} rdr \int_{\frac{r-R_b}{2\sqrt{\nu t}}}^{\infty}\frac{dU}{dX}\,\mathrm{erf}(X)dX \tag{28}$$

Finalement,

$$\Psi(r,\theta,t) = -\frac{U(t)r^2\sin^2\theta}{2}\left[1+\frac{R_b^3}{2r^3}-\frac{3R_b}{2r}\right]+\frac{3R_b\sin^2\theta}{2}\frac{1}{r}\int_{R_b}^{r} rdr \int_{\frac{r-R_b}{2\sqrt{\nu t}}}^{\infty}\frac{dU}{dX}\,\mathrm{erf}(X)dX \tag{29}$$

3.2. Calcul de l'effort exercé sur la particule

Le calcul des contraintes exercées sur la sphère s'effectue de façon identique à ce qui a été fait dans le Chapitre I2.2.
La résultante se traduit par une force dirigée selon z et qui comporte trois termes :

$$\vec{F}_z = -6\pi\eta R_b U - \frac{2}{3}\pi\rho R_b^3\frac{dU}{dt} - 6\rho R_b^2\sqrt{\pi\nu}\int_0^t \frac{dU}{ds}\frac{ds}{\sqrt{t-s}}\,\vec{i}_z \tag{30}$$

3.3. Régime transitoire

On considère une sphère solide en translation avec la vitesse U sans rotation dans un milieu fluide incompressible et stagnant à l'infini. Dans le cas des écoulements rampants, on obtient le résultat théorique, appelé l'équation de BBO (Basset [BAS,1888], Boussinesq [BOU,1903], Oseen [OSE,1927]) :

$$\frac{4}{3}\pi\rho_b R_b^3\frac{dU}{dt} = \underbrace{\frac{4}{3}\pi R_b^3(\rho_b-\rho)g}_{(1)} \underbrace{-6\pi\eta R_b U}_{(2)} \underbrace{-\frac{2}{3}\pi\rho R_b^3\frac{dU}{dt}}_{(3)} \underbrace{-6\rho R_b^2\sqrt{\pi\nu}\int_0^t\frac{dU}{ds}\frac{ds}{\sqrt{t-s}}}_{(4)} \tag{31}$$

- Le terme (1) représente la force de gravité et d'Archimède.
- Le second est la traînée de Stokes (2).
- Le troisième appelé masse ajoutée ou masse virtuelle, représente l'accélération du fluide mis en mouvement par la sphère (3).
- Enfin, la force de Basset ou le terme d'histoire. Il traduit l'histoire de la particule et provient de la diffusion de vorticité générée à la surface de la sphère (4).

où R_b est le rayon de la sphère, d est son diamètre, ρ_b correspond à sa densité, U sa vitesse, ρ est la densité du fluide, υ sa viscosité cinématique et η sa viscosité dynamique.

On place à l'instant t=0 une sphère au sein d'un fluide stagnant à l'infini. La vitesse de la sphère est supposée nulle.
On introduit les temps adimensionnels

$$\tau_s = \frac{\nu t}{R_b^2} \quad \text{et} \quad \sigma = \frac{\nu s}{R_b^2}, \tag{32}$$

et le rapport W_s, le rapport entre la vitesse U et la vitesse de Stokes U_∞ obtenue pour U constante :

$$U_\infty = \frac{2(\rho_b - \rho)R_b^2 g}{9\eta} \tag{33}$$

$$W_s = \frac{U}{U_\infty} = \frac{9\eta U}{2(\rho_b - \rho)R_b^2 g} \tag{34}$$

L'équation 31 peut donc être réécrite sous forme adimensionnelle,

$$\left(\frac{2\Gamma + 1}{9}\right)\frac{dW_s}{d\tau_s} = 1 - W_s - \frac{1}{\sqrt{\pi}}\int_0^{\tau_s} \frac{dW_s}{d\sigma}\frac{d\sigma}{\sqrt{\tau_s - \sigma}} \tag{35}$$

où $\Gamma = \frac{\rho_b}{\rho}$

et transformée sous la forme d'une équation différentielle [BEL,2001] :

$$\frac{d^2 W_s}{d\tau_s{}^2} + B(2 - B)\frac{dW_s}{d\tau_s} + B^2 W_s = B^2\left(1 - \frac{1}{\sqrt{\pi\tau_s}}\right) \tag{36}$$

où $B = \frac{9}{2\Gamma + 1}$

Les solutions de l'équation 36 sont données dans le Tableau I.1 :

$\Gamma_c = \frac{5}{8}$	$W_s(\tau_s)$	
$\Gamma < \Gamma_c$	$1-\left(\frac{\alpha}{\alpha-\beta}\right)e^{\beta^2\tau_s}\operatorname{erfc}\left(\beta\sqrt{\tau_s}\right)-\left(\frac{\beta}{\beta-\alpha}\right)e^{\alpha^2\tau_s}\operatorname{erfc}\left(\alpha\sqrt{\tau_s}\right)$	$\alpha=\frac{1}{2}B\left(1+\sqrt{1-\frac{4}{B}}\right)$ $\beta=\frac{1}{2}B\left(1-\sqrt{1-\frac{4}{B}}\right)$ $\operatorname{erfc}(z)=\frac{2}{\sqrt{\pi}}\int_z^{\infty}e^{-x^2}dx=1-\operatorname{erf}(z)$
$\Gamma > \Gamma_c$	$1-R_W-\frac{X}{Y}I_W$	$X=\frac{1}{2}B$ $Y=\frac{1}{2}B\sqrt{\frac{4}{B}-1}$ R_W et I_W sont les parties réelle et imaginaire de : $W\left[(Y+iX)\sqrt{\tau_s}\right]=W(z)=e^{-z^2}\left[1+\frac{2i}{\pi}\int_0^z e^{\xi^2}d\xi\right]$
$\Gamma = \Gamma_c$	$1+(2B-1)e^{B\tau_s}\operatorname{erfc}\left(\sqrt{B\tau_s}\right)-2\sqrt{\frac{B\tau_s}{\pi}}$	Dans ce cas, $B=4$

Tableau I.1 - Résultats pour une sphère rigide accélérant à partir d'une vitesse nulle [CLI,1978]

La Figure I.3 présente, pour Γ=8,66, une comparaison entre les solutions données par l'équation 35 suivant que l'on néglige :

- le terme d'histoire,

$$W_s = 1 - e^{-B\tau_s} \tag{37}$$

- le terme d'histoire et le terme de masse ajoutée,

$$W_s = 1 - e^{-\frac{9\tau_s}{2\Gamma}} \tag{38}$$

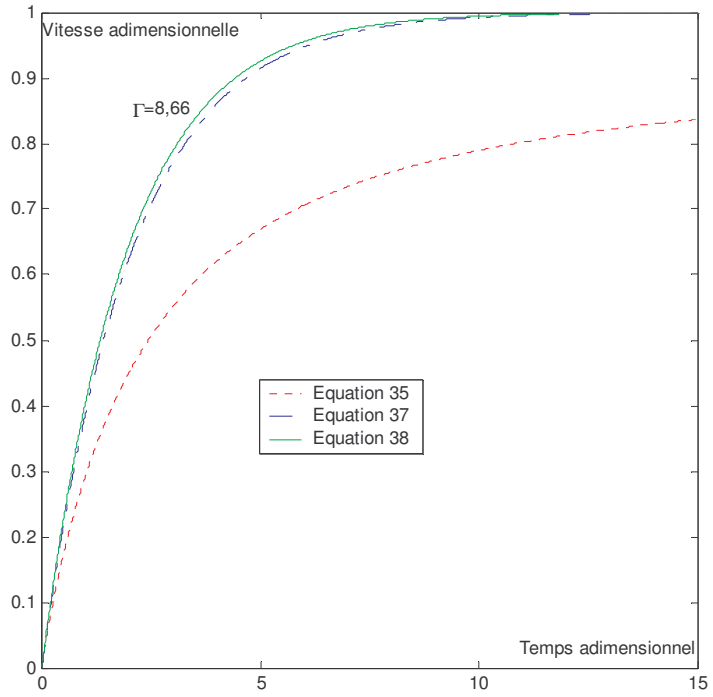


Figure I.3 - Variation de la vitesse en fonction du temps

On constate que le fait de négliger les termes d'histoire et de masse ajoutée sont des hypothèses très fortes, la force de Basset étant la plus importante.

3.4. Régime permanent

Dans le cas où le régime permanent est atteint ($U_\infty = \text{cste}$), l'équation 31 devient :

$$\frac{4}{3}\pi R_b^3(\rho_b - \rho)g - 6\pi\eta R_b U_\infty = 0$$

$$\eta = \frac{2}{9}\frac{R_b^2}{U_\infty}(\rho_b - \rho)g \qquad (39)$$

U_∞ représente la vitesse limite de la sphère.

Cette méthode applicable aux fluides Newtoniens incompressibles, permet donc de connaître la viscosité η en mesurant U_∞.

4. Corrections

L'équation 39 n'est valable que lorsque la vitesse limite est atteinte, et si la sphère chute dans un milieu infini, sans effets d'inertie. C'est pourquoi, un certain nombre de corrections doivent être appliquées à la vitesse U_∞.

4.1. Effets d'inertie

On définit le nombre de Reynolds basé sur le diamètre de la bille :

$$Re = \frac{\rho U_\infty d}{\eta}$$

Lorsque les effets d'inertie sont négligeables, le coefficient de traînée s'écrit (Equation 19) :

$$C_D = \frac{24}{Re} \qquad \text{pour } Re<<1$$

Oseen [OSE,1927] a étendu la loi de Stokes en prenant partiellement en compte l'inertie du fluide :

$$C_D = \frac{24}{Re}\left(1+\frac{3}{16}Re\right) \qquad \text{pour } 0<Re<1 \qquad (40)$$

Cette formule fut améliorée par Proudman et Pearson [PRO,1957], puis par Ockendon et Ewans [OCK,1972] qui ont respectivement obtenu des termes de plus haut degré :

$$C_D = \frac{24}{Re}\left(1+\frac{3}{16}Re+\frac{9}{160}Re^2\ln\frac{Re}{2}\right) \qquad (41)$$

$$C_D = \frac{24}{Re}\left(1+\frac{3}{16}Re+\frac{9}{160}Re^2\ln\frac{Re}{2}+\frac{0.1879}{4}Re^2+...\right)$$

(42)

Goldstein [GOL,1929] effectua une analyse théorique sur des corrections d'inertie en l'absence de parois. Il en résulte le coefficient suivant :

$$C_D = \frac{24}{Re}\left[1+a_1 Re - a_2 Re^2 + a_3 Re^3 - a_4 Re^4 + a_5 Re^5\right] \qquad (43)$$

avec :

$$a_1 = \frac{3}{16},\ a_2 = \frac{19}{1280},\ a_3 = \frac{71}{20480},\ a_4 = \frac{30179}{3440640},\ a_5 = \frac{122519}{560742400}$$

Ces travaux ont été vérifiés par ceux de Shanks [SHA,1995], qui obtient pour le terme d'ordre 5 :

$$a_5 = \frac{122519}{550502400}$$

Maxworthy [MAX,1965] effectua une étude expérimentale des effets d'inertie pour $0<Re<11$.
Dans notre cas le nombre de Reynolds est de l'ordre de 2.10^{-2}. La Figure I.4 compare les coefficients de traînée cités précédemment, où l'on constate que pour le régime considéré, les écarts sont assez faibles.
D'autres solutions sont disponibles dans la littérature, résumées par Clift [CLI,1978] ou par Khan et Richardson [KHA,1987].

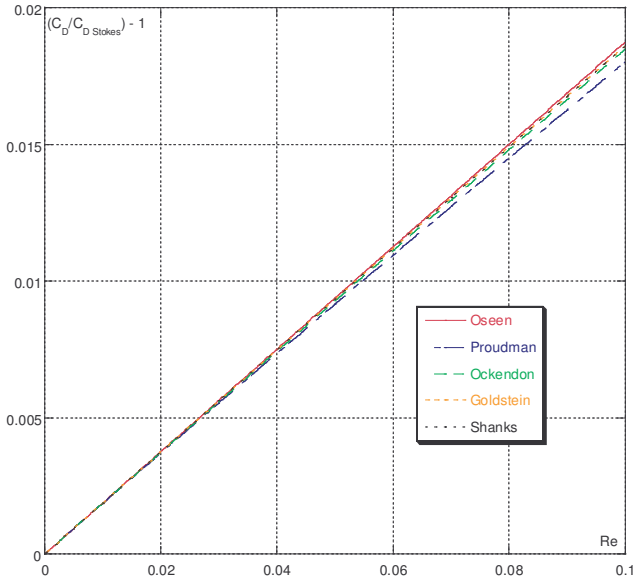


Figure I.4 - Calcul des différents coefficients de traînée par rapport à la formule de Stokes.

4.2. Effets de bord

4.2.1. Bille décentrée

Happel et Brenner [HAP,1983] ont considéré le mouvement d'une particule sphérique parallèlement à l'axe d'un cylindre circulaire infini rempli d'un fluide visqueux, en utilisant la méthode des réflexions. La sphère n'a alors aucune position précise dans le cylindre.

Position du problème :

La sphère se déplace avec une vitesse constante $\vec{U}$, dans la direction des z positifs parallèlement à l'axe du cylindre (Figure I.5). Dans le même temps, le fluide s'écoule avec une vitesse superficielle $\frac{1}{2}\vec{U}_0$, dans la même direction.

Le rayon de la sphère est noté R_b, le diamètre du cylindre correspond à D et le centre de la sphère est situé à une distance b_c de l'axe du cylindre.

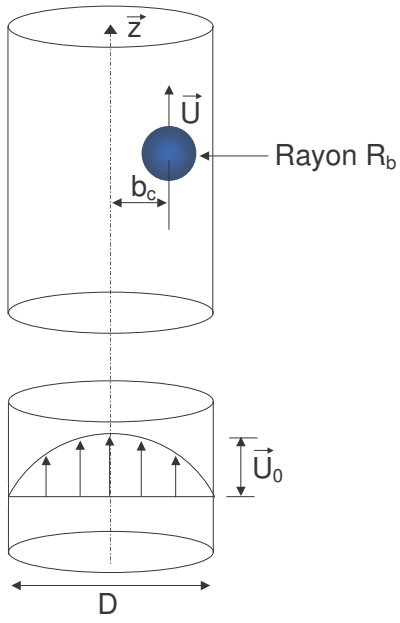


Figure I.5 - Mouvement de la particule dans un cylindre

Ils ont alors obtenu la force de traînée, dans le cas où le rayon de la particule sphérique est petit devant celui du cylindre:

$$\vec{F}_z = 6\pi\eta R_b \left[U_0 \left(1 - \frac{4b_c^2}{D^2} \right) - U \right] \left[1 + f\left(\frac{2b_c}{D} \right) \left(\frac{2R_b}{D} \right) + \ldots \right] \vec{i}_z \qquad (44)$$

Le cas d'une bille chutant dans un fluide au repos est obtenu en posant U_0=0 dans l'équation 44.

$$\vec{F}_z = -6\pi\eta R_b U \left[1 + f\left(\frac{2b_c}{D} \right) \left(\frac{2R_b}{D} \right) + \ldots \right] \vec{i}_z \qquad (45)$$

où la fonction f est exprimée en puissance de $2b_c/D$:

$$f\left(\frac{2b_c}{D} \right) = 2{,}10444 - 0{,}6977 \left(\frac{2b_c}{D} \right)^2 + O\left(\frac{2b_c}{D} \right)^4$$

Ce développement est valable pour $2b_c / D \to 0$, près de l'axe du cylindre.

Falmularo [FAL,1962] a calculé la fonction f pour des valeurs de $2b_c/D$ allant jusqu'à 0,9. Ses résultats sont récapitulés dans le Tableau I.2.

$2b_c/D$	$f(2b_c/D)$
0,00	2,10444
0,01	2,10436
0,03	2,10381
0,05	2,10270
0,10	2,09763
0,20	2,07942
0,30	2,05691
0,35	2,04805
0,37	2,04567
0,39	2,04426
0,40	2,04401
0,41	2,04407
0,43	2,04530
0,45	2,04825
0,50	2,06566
0,60	2,16965
0,70	2,45963
0,80	3,23160
0,90	5,90500

Tableau I.2 - Valeurs de la fonction d'excentricité $f(2b_c/D)$

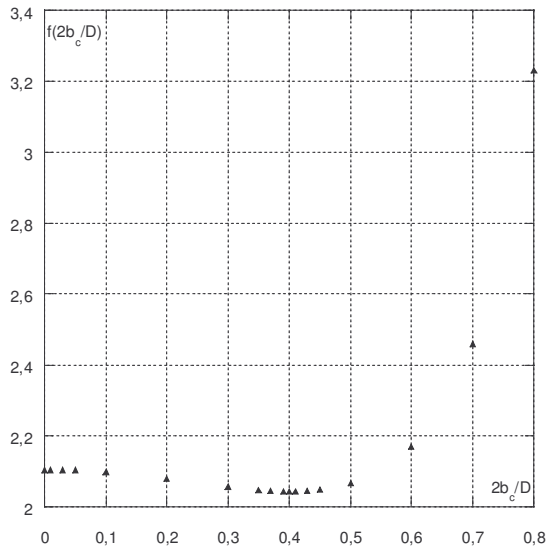


Figure I.6 - Fonction d'excentricité

La force de traînée d'une petite sphère en mouvement dans un fluide au repos n'augmente pas régulièrement lorsque l'on s'écarte de l'axe du tube vers les parois du cylindre. Si l'on s'écarte de l'axe, la fonction $f(2b_c/D)$, et par conséquent la force de traînée, diminue puis augmente à partir $2b_c / D \approx 0{,}4$ (Figure I.6). Pour cette valeur, la force de traînée est minimale.

La confirmation expérimentale de ce minimum est difficile à obtenir en raison de sa faible valeur. Craig [CRA,1952] et Bart [BAR,1959] obtiennent une valeur de $2b_c / D \approx 0{,}6$.

Fayon et Happel [FAY,1960], dans une étude expérimentale, ont étudié l'effet des conditions aux limites cylindriques sur une particule suspendue dans un fluide en écoulement, en séparant les effets d'inertie des effets de parois.

La force de traînée a été mesurée pour des nombres de Reynolds allant de 0,1 à 40. Leur données pour de petites valeurs d'excentricité ne sont pas très différentes de 2,104.

4.2.2. Bille chutant sur l'axe du cylindre

La solution analytique pour une sphère de diamètre d en translation avec une vitesse constante U_{Stokes} fut développée par Stokes [STO,1851] dans la limite de Re<<1 et dans un milieu infini.

Dans un domaine fini de diamètre D, les effets dus aux parois rigides entraînent une augmentation de la dissipation visqueuse qui diminue la vitesse de la sphère [ARI,1994].

Le facteur de correction dû aux effets de parois $K_P(d/D)$ pour un écoulement rampant d'un fluide Newtonien décrit la diminution de la vitesse résultant de la présence des parois comme une fonction du rapport des rayons entre celui de la sphère et du tube (d/D). Il est défini expérimentalement par :

$$K_P(d/D) = \frac{U_{Stokes}}{U_\infty(d/D)} \tag{46}$$

La force de traînée peut donc être définie par :

$$F = 6\pi\eta r U_\infty K_P$$

Faxen [FAX,1922] a résolu l'équation du mouvement en tenant compte des conditions aux limites simulant les parois et en utilisant l'approximation d'Oseen [OSE,1927]. Il a obtenu un coefficient de correction appliqué à la force de stokes pour une sphère chutant dans un cylindre :

$$K_{P\,Re} = \frac{F}{F_\infty} = \left[1 - \frac{3}{16}Re - \frac{d}{D}f\left(\frac{Re/4}{d/D}\right) + 2{,}09\left(\frac{d}{D}\right)^3 - 0{,}95\left(\frac{d}{D}\right)^5\right]^{-1} \tag{47}$$

où la fonction f prend les valeurs :
f(0)=2,104 f(0.5)=1,760 f(1)=1,48 f(2)=1,0401 f(5)=0,46

Bohlin [BOH,1960], dans une étude théorique utilisant une extension de la méthode des réflexions de Faxen, obtient la correction suivante, pour Re<<1 et d/D<0,6 :

$$K_P = \left[\begin{array}{l} 1 - 2{,}10443\left(\frac{d}{D}\right) + 2{,}08877\left(\frac{d}{D}\right)^3 - 0{,}94813\left(\frac{d}{D}\right)^5 - 1{,}372\left(\frac{d}{D}\right)^6 + 3{,}87\left(\frac{d}{D}\right)^8 \\ - 4{,}19\left(\frac{d}{D}\right)^{10} \ldots \end{array}\right]^{-1} \tag{48}$$

Dans une étude expérimentale, Francis [FRA,1933] donne pour d/D<0,97 et Re<1 :

$$K_P = \left[\frac{1 - 0{,}475\frac{d}{D}}{1 - \frac{d}{D}}\right]^4 \tag{49}$$

Haberman et Sayre [HAB,1958] ont également déterminé expérimentalement le coefficient K pour d/D<0,8 et Re<2 :

$$K_P = \frac{1 - 0{,}75857\left(\frac{d}{D}\right)^5}{1 - 2{,}1050\left(\frac{d}{D}\right) + 2{,}0865\left(\frac{d}{D}\right)^3 - 1{,}7068\left(\frac{d}{D}\right)^5 + 0{,}72603\left(\frac{d}{D}\right)^6} \tag{50}$$

La formule de Faxen a été confirmée expérimentalement par Kawata [KAW,1963], qui a exprimé les effets de parois, pour d/D<0,07 et Re<1, par :

$$K_P = \left[1 - a_w\frac{d}{D}\right]^{-1} \tag{51}$$

La fonction a_w prend les valeurs :

a_w=2,104 pour d=2,0mm
a_w=2,103 pour d=2,4mm
a_w=2,099 pour d=3,2mm

Sutterby [SUT,1973] a également effectué des travaux expérimentaux sur les effets de parois et d'inertie, pour 0<d/D<0,13 et 0,0001<Re<3,78. Il en résulte une corrélation empirique pour le facteur de correction mur-paroi : $K_p = f(Re, d/D)$

La Figure I.7 représente une comparaison entre les différentes expressions citées précédemment, pour des valeurs de d/D allant jusqu'à 0,04. Comme pour les effets d'inertie, les écarts entre les auteurs sont faibles.

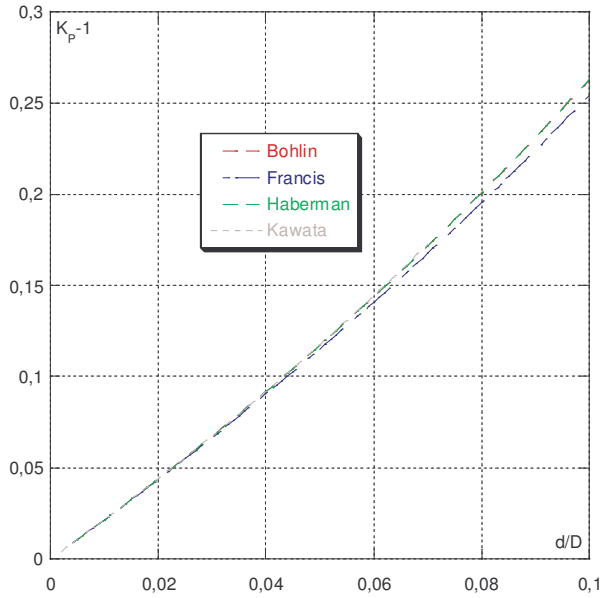


Figure I.7 - Comparaison entre les différentes corrections dues aux effets de bord.

Le coefficient de Faxen n'est pas représenté sur le graphique, mais pour des nombres de Reynolds qui tendent vers 0, il suit l'évolution du coefficient de Bohlin. On constate que pour des rapports de diamètre allant jusqu'à 0,1, les coefficients sont confondus, sauf celui de Francis qui dérive à partir de d/D=0,04.

4.3. Force de portance

Le traitement du présent problème dans l'hypothèse des écoulements rampants ne révèle pas la présence de forces de portance tendant à déplacer la sphère perpendiculairement à l'axe du tube.
Ce manque de forces de portance est une caractéristique de la limite des hypothèses des écoulements rampants et provient du fait que l'on néglige l'inertie du fluide dans les équations du mouvement.
Les calculs de Rubinov et Keller [RUB,1961] indiquent qu'une sphère en rotation tombant dans un fluide stationnaire subit une force de portance F_L orthogonale à la direction du mouvement. Cette force est donnée par :

$$\vec{F}_L = \pi R_b^3 \rho \vec{\Omega} \times \vec{U}\left[1 + O(Re)\right] \qquad (52)$$

R_b : rayon de la sphère
$\vec{\Omega}$: vitesse angulaire de la sphère
$\vec{U}$: vitesse de la sphère
ρ : densité du fluide

Pour des faibles valeurs de nombres de Reynolds, la force transverse est indépendante de la viscosité. Rubinov et Keller [RUB,1961] ont tenté d'appliquer leurs résultats au problème du mouvement latéral d'une sphère librement suspendue dans un écoulement de Poiseuille. La force transverse est toujours orientée de manière à ramener la sphère vers le centre du tube et s'annulerait sur l'axe du tube.
Segré et Silberberg [SEG,1962] ont mesuré la distribution de particules sphériques dans un fluide s'écoulant dans un tube cylindrique. Ils ont trouvé que les particules ne sont pas concentrées le long de l'axe, mais à une distance d'environ D/4 du centre du tube.

4.4. Effets de bout

Nous allons nous intéresser ici à l'influence des extrémités du tube sur la chute de la bille. Les effets de bouts ont été étudiés théoriquement par Lorentz [LOR,1907], sans tenir compte de l'effet de paroi modélisé plus tard par Faxen [FAX,1922]. Pour une sphère s'approchant d'un plan infini rigide, il a obtenu une correction de la forme :

$$K_b = 1 + \frac{9}{8}\frac{d}{2Z} \tag{53}$$

où Z est la distance entre la sphère et la base du cylindre.
d : diamètre de la sphère.

Tanner [TAN,1963], reprenant la méthode des réflexions en tenant compte de l'effet de paroi a modélisé l'effet de bout, et étudié son influence sur la traînée totale (Re<<1). Il en résulte le Tableau I.3 rapportant l'augmentation de la traînée due à l'effet de bout en fonction du rapport 2Z/D, où D est le diamètre du tube.

2Z/D	Augmentation de la traînée due à l'effet de bout
0,5	0,442
0,75	0,0728
1	0,0094
1,5	$7{,}6.10^{-5}$

Tableau I.3 - Augmentation de la traînée due à l'effet de bout

Il apparaît que l'effet de bout est négligeable pour 2Z/D=1.5 devant la force de Stokes. Il faut noter également que pour des tubes de longueur supérieure à deux diamètres, les deux extrémités n'ont aucun effet l'une sur l'autre.

Pour Sutterby [SUT,1973], les corrections dues aux effets de bout sont inutiles pour :

$$L/D > 2$$

$$Re<2$$

$$d/D < 0{,}125$$

d : diamètre de la bille.
D : diamètre du tube.
L : longueur du tube.

Les travaux de Flude et Daborn [FLU,1982] confirment les résultats obtenus par Sutterby [SUT,1973]. En effet, il n'est pas nécessaire d'appliquer à la fois les corrections dues aux effets de bout et les corrections dues aux effets de bord, sauf si la bille n'est qu'à quelques diamètres de la base du tube.

5. Formule de calcul de la viscosité dynamique

L'équation 39 n'étant valable que lorsque la vitesse limite est atteinte, et si la sphère chute dans un milieu infini sans effets d'inertie, nous utiliserons le facteur de correction de Faxen (Equation 47). En effet, ce coefficient permet de prendre en compte à la fois les effets de bord et les effets d'inertie.

En considérant que les mesures sont prises suffisamment loin de l'extrémité du tube, nous n'appliquerons pas de correction due aux effets de bout. De plus, une possible rotation de la bille et une trajectoire pas parfaitement verticale ne seront pas prises en compte.
L'expression de la viscosité dynamique devient :

$$\eta = \frac{d^2}{18U_\infty}(\rho_b - \rho)g\left[1 - \frac{3}{16}Re - \frac{d}{D}f\left(\frac{Re/4}{d/D}\right) + 2{,}09\left(\frac{d}{D}\right)^3 - 0{,}95\left(\frac{d}{D}\right)^5\right] \quad (54)$$

avec Re<<1 pour satisfaire aux hypothèses des écoulements rampants, et où la fonction f prend les valeurs [FAX,1922] :
f(0)=2,104 f(0,5)=1,76 f(1)=1,48 f(2)=1,04 f(5)=0,46

En interpolant ces points, on obtient pour $0 < \frac{Re/4}{d/D} < 5$:

$$f\left(\frac{Re/4}{d/D}\right) = 2{,}104 - 0{,}768\left(\frac{Re/4}{d/D}\right) + 0{,}178\left(\frac{Re/4}{d/D}\right)^2 - 0{,}038\left(\frac{Re/4}{d/D}\right)^3 + 0{,}004\left(\frac{Re/4}{d/D}\right)^4$$

Chapitre II :
Développement du banc

L'équation 54 nous permet de calculer la viscosité dynamique d'un fluide, en connaissant les diamètres de la bille (d) et du tube (D), la différence de densité entre la sphère (ρ_b) et celle du fluide (ρ), et la vitesse de chute de la bille (U_∞). Dans un premier temps nous allons regarder l'incertitude que doit nous permettre d'obtenir le système de mesure de vitesse, afin d'atteindre l'objectif sur l'incertitude relative de la mesure de viscosité : 10^{-3}. Nous allons ensuite décrire toute la conception du banc expérimental en présentant les méthodes de mesure de vitesse existantes, notre choix et les différents éléments qui composent le banc.

1. Calculs d'incertitudes préliminaires

L'un des intérêts de cette étude étant la métrologique, il est important de déterminer l'incertitude sur le système de mesure de vitesse afin d'atteindre l'objectif visé sur la mesure de viscosité : 10^{-3}. En prenant les valeurs d'incertitudes correspondant au matériel présent au laboratoire, et les capacités de mesure et d'incertitude dans les laboratoires du LNE (Masse et Longueur), nous avons fait varier les différents paramètres intervenant dans l'expression de la viscosité (Equation 54) et calculé l'incertitude-type sur la viscosité :

$$u^2(\eta)=\left(\frac{\partial\eta}{\partial d}\right)^2 u^2(d)+\left(\frac{\partial\eta}{\partial D}\right)^2 u^2(D)+\left(\frac{\partial\eta}{\partial\rho}\right)^2 u^2(\rho)+\left(\frac{\partial\eta}{\partial g}\right)^2 u^2(g)$$
$$+\left(\frac{\partial\eta}{\partial\rho_b}\right)^2 u^2(\rho_b)+\left(\frac{\partial\eta}{\partial U_\infty}\right)^2 u^2(U_\infty) \qquad (55)$$

(La loi de propagation des variances est présentée en annexe 5 et dans le Chapitre III)

Pour couvrir une gamme de viscosité comprise entre 1 mPa.s et 1 Pa.s, nous avons choisi quatre huiles de base dont nous connaissons la viscosité et la densité. Ensuite, nous avons fait varier la densité de la bille en prenant des billes de verre, acier et tungstène dont les diamètres varient entre 2 et 4 mm. Le diamètre du tube a pour valeurs, 5 cm, 10 cm, 15 cm, 20 cm et 25 cm. Enfin, pour que ces simulations soient cohérentes, la vitesse de chaque bille a été calculée pour les quatre huiles en inversant la relation 54. Tous ces paramètres sont récapitulés dans Tableau II.1.

	Valeur	Incertitude type Relative	Incertitude type	Variance
$\eta_{(Huile\ S10)}$ (Pa.s)	7.10^{-3}	10^{-3}	7.10^{-6}	$4,9.10^{-11}$
$\eta_{(Huile\ C)}$ (Pa.s)	$8,1.10^{-2}$	10^{-3}	$8,1.10^{-5}$	$6,6.10^{-9}$
$\eta_{(Huile\ 200)}$ (Pa.s)	$3,99.10^{-1}$	10^{-3}	$3,99.10^{-4}$	$1,6.10^{-7}$
$\eta_{(Huile\ 350)}$ (Pa.s)	1,133	10^{-3}	$1,133.10^{-3}$	$1,3.10^{-6}$
$\rho_{(Huile\ S10)}$ (kg.m^{-3})	862,9	/	0,02155	0,00046
$\rho_{(Huile\ C)}$ (kg.m^{-3})	828,7	/	0,0207	0,0004
$\rho_{(Huile\ 200)}$ (kg.m^{-3})	899,6	/	0,0225	0,0005
$\rho_{(Huile\ 350)}$ (kg.m^{-3})	898	/	0,02245	0,0005
$\rho_{b\ (Verre)}$ (kg.m^{-3})	2600	/	0,065	0,004
$\rho_{b\ (Acier)}$ (kg.m^{-3})	7774,6	/	0,195	0,038
$\rho_{b\ (Tungstène)}$ (kg.m^{-3})	14859	/	0,37	0,14
d (m)	$2.10^{-3}<d<4.10^{-3}$	/	1.10^{-6}	1.10^{-12}
D (m)	$5.10^{-2}<D<25.10^{-2}$	/	1.10^{-6}	1.10^{-12}

Tableau II.1 - Paramètres

L'évolution de l'incertitude relative sur la viscosité en fonction de l'incertitude sur la vitesse, de différentes densités de billes, et du rapport d/D entre le diamètre de la bille et celui du tube est présentée pour une huile 350 sur la Figure II.1.

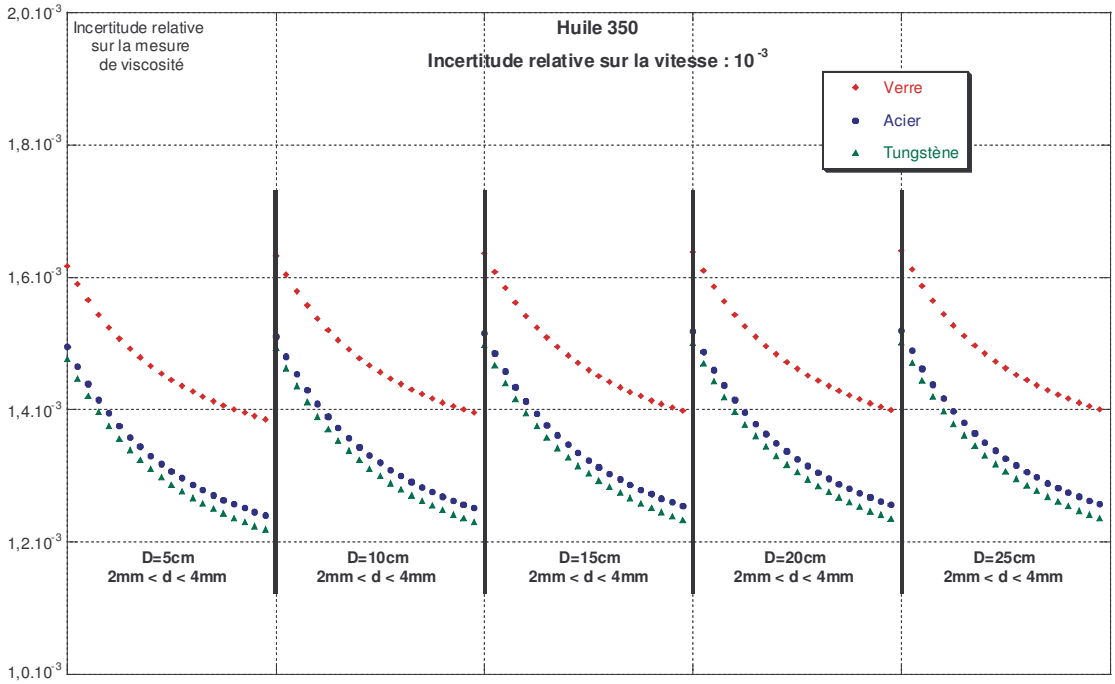


Figure II.1 - Evolution de l'incertitude-type relative sur la viscosité

On constate que l'on atteint une incertitude-type relative d'environ 10^{-3} sur la mesure de viscosité pour une incertitude-type relative de 10^{-3} sur la mesure de vitesse, les paramètres prépondérants étant le diamètre de la bille avec une prépondérance d'environ (40 %) et la vitesse (60 %). Pour les fluides les

plus visqueux, la densité de la bille n'a que peu d'importance, mais sa prépondérance augmente lorsque l'on se rapproche des fluides les moins visqueux. En effet, pour ces huiles, la meilleure incertitude est obtenue avec la bille de verre qui est la moins dense des trois. De plus, il est nécessaire d'effectuer des essais avec des billes encore moins denses afin de toujours conserver un nombre de Reynolds très faible (Re<<1).

2. Principes de mesure de vitesse

Les auteurs ayant travaillé sur la chute de billes dans des fluides ont développé différents principes de mesure. Certains utilisent des techniques laser à effet Doppler, de suivi de la bille avec une caméra extérieure au système, ou des méthodes acoustiques basées sur l'effet Doppler d'une onde ultrasonore renvoyée par la particule tombante. Ces méthodes permettent donc d'avoir accès au mouvement transitoire de la bille ainsi qu'au régime permanent.

2.1. Interférométrie

Pour comparer des mesures de viscosité obtenues par viscosimétrie capillaire et par un viscosimètre à chute de bille, Flude et Daborn [FLU,1982] ont utilisé une technique laser à effet Doppler. La vitesse de la sphère est mesurée continuellement alors qu'elle chute dans un cylindre rempli d'huile (Figure II.2). Par contre, la bille ayant une géométrie sphérique, elle réfléchit le faisceau dans toutes les directions. Le faisceau retour, parallèle au faisceau incident, risque donc d'avoir une puissance moindre, ne permettant pas au capteur de le détecter ou de le différencier du bruit. La plupart des interféromètres commerciaux ont un système de réflexion optique posé sur la cible.

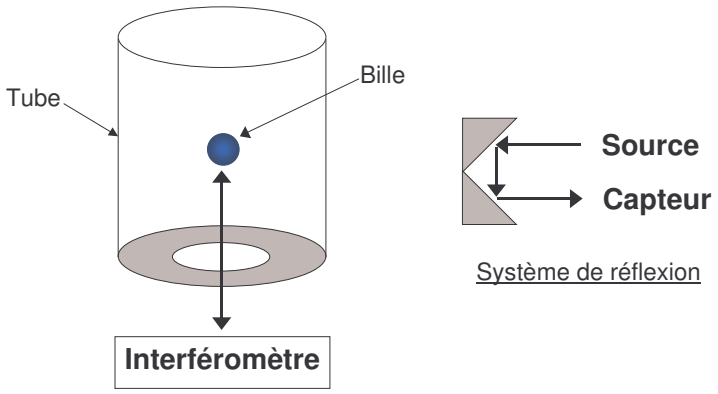


Figure II.2 - Méthode de mesure de vitesse par interférométrie

2.2. Vidéo

Arigo et McKinley [ARI,1994] et Bot [BOT,1998] ont visualisé la chute de bille à l'aide d'une caméra. Lommatzsch [LOM,2001] a proposé la méthode de mesure suivante : On donne à la caméra une vitesse proche de celle de la bille. La vitesse de la bille ($\vec{U}$) est alors déterminée par la somme de sa vitesse dans le champ de la caméra ($\vec{U}_{bc}$) et de la vitesse de la caméra ($\vec{U}_c$) (Figure II.3) :

$$\vec{U} = \vec{U}_{bc} + \vec{U}_c$$

L'inconvénient de cette méthode est que la vitesse est calculée en dérivant la position. Par contre, associée à une platine de translation, elle permet de suivre la bille le long de sa chute et de mesurer sa vitesse avec une incertitude constante.

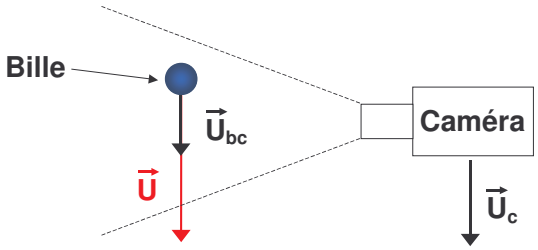


Figure II.3 - Méthode de mesure de vitesse par vidéo [LOM,2001]

2.3. Méthode acoustique

Tran-Son-Tay [TRA,1998] et Mordant et Pinton [MOR,2000] ont quant à eux développé des systèmes de mesure acoustique basés sur l'effet Doppler d'une onde ultrasonore renvoyée par la particule tombante (Figure II.4).

Les principaux avantages de cette méthode sont les suivants :

- La vitesse de la particule est mesurée directement et non en dérivant la position.
- La détection acoustique couvre de plus larges régions que les outils optiques et peut enregistrer le mouvement d'une particule pour des temps plus longs que les caméras.
- Ce principe peut être utilisé dans un milieu non-transparent.

La mesure repose sur la possibilité de suivre la fréquence Doppler et sa variation dans le temps. La fréquence du son diffusé est faible au début de la chute et augmente lorsque la particule accélère. L'amplitude et donc la précision de la mesure, diminue lorsque la distance au capteur augmente.

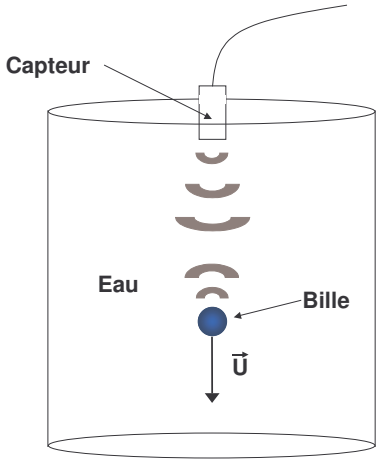


Figure II.4 - Mesure de vitesse par méthode acoustique [MOR,2000]

3. Choix de la méthode de mesure

Au regard des différentes méthodes déjà utilisées, il a été décidé de développer un banc utilisant une caméra CCD.
Cette technique permet de suivre l'évolution de la vitesse de la bille le long du tube et d'observer sa trajectoire en déplaçant la caméra à l'aide d'une platine de translation (Figure II.5).

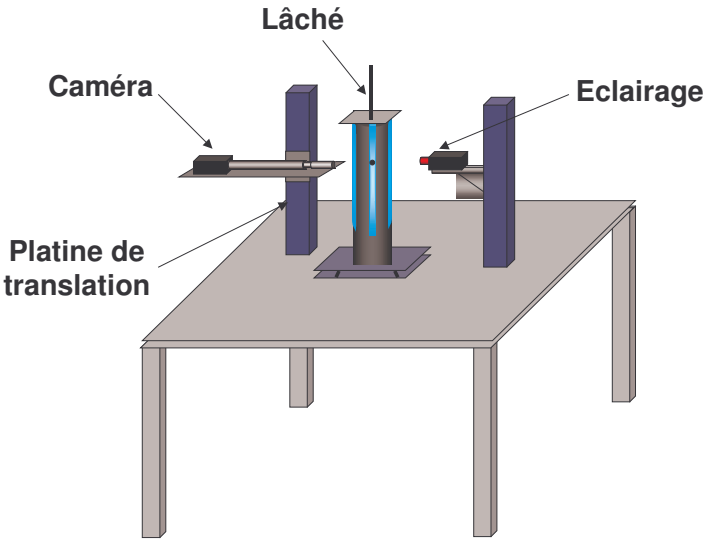


Figure II.5 - Dispositif expérimental

4. Caméra

Le principe de base d'un capteur CCD (Charge Coupled Device) est simple : il s'agit d'une mosaïque de petits éléments carrés ou rectangulaires sensibles à la lumière, communément appelés pixels, qui convertissent les photons reçus en électrons. Tous ces éléments sensibles sont répartis sur des lignes et des colonnes ; on parle ainsi d'un capteur 1000 x 500 pour désigner un capteur de 1000 lignes par 500 colonnes.
On peut ici faire une analogie entre une matrice CCD et un film photographique : la notion de grain pour le film photographique étant remplacée par la notion de pixel en CCD. Cependant, dans une émulsion photographique, les grains ont des tailles diverses et sont répartis de façon aléatoire, alors que les pixels d'un capteur CCD sont tous identiques et parfaitement rangés en lignes et en colonnes.

La caméra CCD consiste en une plaquette de microscopiques cellules photosensibles (les pixels) occupant chacun une position en X et Y et ayant chacun une sensibilité propre dont le signal peut être réparti entre 256 (8 bits), 4096 (12 bits) ou 65536 (16 bits) niveaux de gris. Plus la plaquette contiendra de pixels et plus les pixels seront petits, meilleure sera la résolution du CCD.

Les caméras CCD sont constituées par un assemblage de photodiodes, chacune d'elles délivrant une intensité proportionnelle à un pixel. Il s'agit de matrices d'éléments photosensibles qui accumulent des charges électriques en proportion de la lumière qu'ils reçoivent. Le capteur à CCD est donc un composant basé sur une technologie de composants à semi-conducteurs, l'arrivée de photons sur le silicium créant des charges électriques.

Ces capteurs peuvent se présenter sous forme d'une barrette (caméra linéaire) ou sous forme d'un rectangle (caméra matricielle).
Une caméra linéaire est un outil d'acquisition d'images dont le capteur est formé d'une ligne unique de photo-éléments. La vidéo est donc acquise ligne par ligne, à la différence des capteurs matriciels, qui génèrent des trames.

4.1. Caméra matricielle

Une matrice CCD est formée de Y lignes et X colonnes, chaque pixel étant physiquement un rectangle de silicium de quelques microns. Si on compte le nombre d'électrons produits dans chaque carré, on peut déterminer la quantité de lumière qui tombe sur chacun d'eux.
Quand elle est éclairée, chaque cellule produit des charges électriques qui sont transférés selon la séquence appropriée à la production d'un signal vidéo.
La lecture consiste à amener ces charges en séquences vers la broche de sortie du CCD, où l'on mesure le courant de sortie. Cette opération vide tous les photosites de leurs charges, et le réinitialise pour la pose suivante.

4.2. Caméra linéaire

Les photodiodes sont agencées suivant une seule ligne. Le principal avantage par rapport aux caméras matricielles est la résolution élevée que l'on peut obtenir. Cependant, l'obtention d'une image nécessite le déplacement de la caméra afin d'acquérir plusieurs lignes pour obtenir une image bi-dimensionnelle (ex : Fax, scanners, photocopieurs…).
Une ligne vidéo linéaire peut être considérée comme une cartographie de la luminosité des points de la ligne observée par la caméra. Une caméra couvrant un champ défini par un segment A-B génère une ligne vidéo présentant en ordonnée cette luminosité, exprimée en niveaux de gris (0 à 256 pour une numérisation sur 8 bits) des points du segment A-B, A et B correspondant respectivement aux points images sur le premier et le dernier pixel du capteur CCD.
Une variation brusque du niveau de gris correspond alors à un bord de l'objet ou à une variation de sa teinte ou de son aspect.
La détection de cette variation ou "transition" permettra donc d'effectuer sans contact des mesures de très haute précision, grâce à la très haute résolution des capteurs linéaires, bien supérieure à celle des capteurs matriciels standards.
Les caméras linéaires sont incontournables notamment dans tous les procédés industriels d'inspection d'objet continus où l'on souhaite localiser des non-conformités.

4.3. Choix du type de caméra

Les caméras linéaires à l'heure actuelle, ont des résolutions de 2000, 4000 ou 8000 pixels. Pour leur part, la résolution des caméras matricielles peut aller jusqu'à 500 x 2000 pixels. Par contre la fréquence d'acquisition des caméras linéaires est bien plus importantes (jusqu'à 4000 Hz) que celle des caméras matricielles (jusqu'à 30 Hz).
Nous allons donc utiliser une caméra linéaire qui va nous permettre d'avoir des résolutions et des fréquences d'acquisition très élevées et va donc nous donner la possibilité d'effectuer des mesures de vitesses quasi instantanées.

4.4. Dimensionnement de la caméra

Nous avons vu dans le Chapitre II1, que le principe de mesure de vitesse doit permettre d'atteindre une incertitude-type relative de 10^{-3} sur la mesure de viscosité. Cet objectif est atteint pour une incertitude-type relative sur la mesure de vitesse de 10^{-3}. En plaçant le capteur CCD linéaire en position verticale, on calcule la vitesse en regardant le déplacement du bord avant de la bille entre deux images prises par la caméra (Figure II.6).

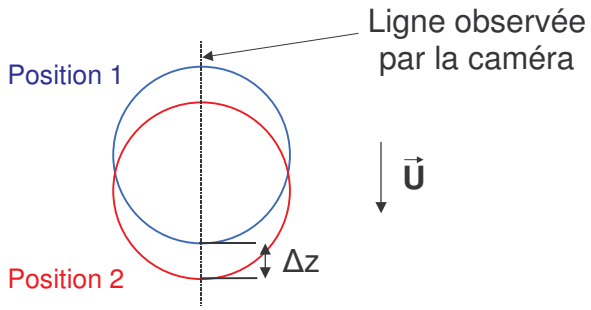


Figure II.6 - Déplacement de la bille face à la caméra

L'expression de la vitesse est donc :

$$U = \frac{\Delta z}{\Delta t}$$

U : Vitesse ($m.s^{-1}$)
Δz : Déplacement de la bille (m)
Δt : Intervalle de temps entre deux lignes d'acquisition vidéo (s)
On calcule alors l'incertitude sur le déplacement dont nous avons besoin :

$$u^2(\Delta z) = (\Delta t)^2 u^2(U) + (U)^2 u^2(\Delta t)$$

Pour cela, on considère que l'on a des vitesses de chute de bille de l'ordre de 5 $mm.s^{-1}$ et des intervalles de temps entre chaque ligne d'acquisition vidéo compris entre 0,01 s et 0,1 s. Le Tableau II.2 présente ces paramètres et l'incertitude sur Δz correspondante. On constate que pour un intervalle de temps de 0,1 s, il faut avoir une incertitude sur le déplacement de 0,2 µm.

$$\Delta z = B_i - B_{i-1}$$

où B_i et B_{i-1} correspondent à la position du bord de la bille aux instants i et i-1.
L'incertitude sur la position du bord doit donc être de 0,14 µm. En ce qui concerne les autres intervalles de temps, nous devons obtenir une incertitude difficilement atteignable (Pour $\Delta t = 0{,}001 s$, nous devrions avoir une incertitude sur le déplacement de l'ordre du nanomètre).

	Valeur	Incertitude-type	Variance
Δt (s)	0,1	1.10^{-6}	1.10^{-12}
U ($m.s^{-1}$)	5.10^{-3}	2.10^{-6}	4.10^{-12}
Δz (m)	5.10^{-4}	2.10^{-7}	4.10^{-14}

	Valeur	Incertitude-type	Variance
Δt (s)	0,01	1.10^{-6}	1.10^{-12}
U ($m.s^{-1}$)	5.10^{-3}	2.10^{-6}	4.10^{-12}
Δz (m)	5.10^{-5}	$2,1.10^{-8}$	$4,3.10^{-16}$

	Valeur	Incertitude-type	Variance
Δt (s)	0,001	1.10^{-6}	1.10^{-12}
U ($m.s^{-1}$)	5.10^{-3}	2.10^{-6}	4.10^{-12}
Δz (m)	5.10^{-6}	$5,4.10^{-9}$	$2,9.10^{-17}$

Tableau II.2 - Paramètres de calcul du déplacement

Les techniques de traitement d'image nous permettent d'atteindre des précisions de l'ordre du $1/10$ de pixel. Nous devons, par conséquent, acquérir une caméra et son optique capables de nous donner une résolution de 1 µm/Pixel.

Finalement, la caméra utilisée est une caméra linéaire 5150V de la société Lord Ingenierie (Corbeuse, France) qui dispose d'un capteur CCD de 5150 pixels, d'une fréquence ligne allant jusqu'à 3,7 kHz et dont les pixels ont une taille de 7 µm x 7 µm (Figure II.7). Elle est associée à une carte d'acquisition vidéo National Instruments PXI 1422 (Le Blanc-Mesnil, France).

Figure II.7 - Caméra

5. Objectif [LAH,2002], [BLA,1999]

La caméra permettant d'obtenir une résolution suffisante pour atteindre une incertitude de 10^{-3} sur la mesure de viscosité a été définie. Mais, afin de pouvoir obtenir cette résolution d'environ 1µm, il est nécessaire d'avoir un objectif adapté pour exploiter toutes les possibilités de la caméra. De plus, nous ne savons pas a priori si la bille se décale de l'axe du tube lors de la chute. Si la position de la bille dans le champ de la caméra varie, la bille n'aura pas la même taille à l'image, il est donc nécessaire de prévenir ces effets.
Afin que des objets de même taille à différentes distances de la lentille aient la même taille à l'image, il est possible d'utiliser une lentille télécentrique [KON,2000]. En essayant de mesurer la largeur de trois objets de hauteurs différentes en utilisant une caméra CCD avec une lentille conventionnelle, on se rend compte que la largeur de l'objet le moins haut est plus petite que les deux autres (Figure II.8). Ceci est dû au fait que les rayons sont obliques.

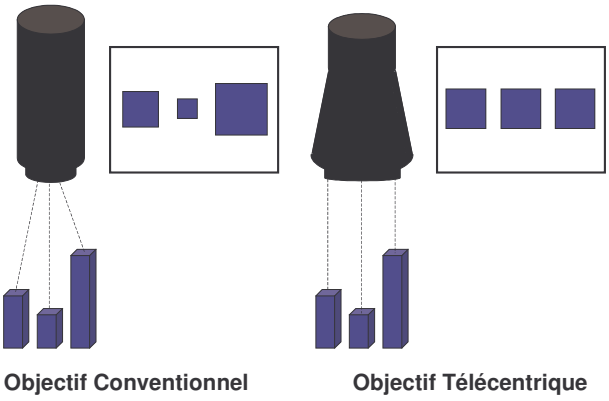


Figure II.8 - Comparaison entre un objectif conventionnel et un objectif télécentrique.

L'objectif utilisé a été fourni par la société Silloptics (Wendelstaein, Allemagne). Cet objectif télécentrique de grossissement x10 muni d 'une bague allonge nous permet d'avoir une résolution de 0,8µm/Pixel (Figure II.9). Pour améliorer la qualité des images, il est maintenant nécessaire de s'intéresser à la manière d'éclairer la bille.

Figure II.9 - Objectif

6. Eclairage [LAH,2002], [BLA,1999]

L'éclairage est un élément déterminant pour réussir une application de système de vision. Une caméra linéaire acquiert la vidéo ligne par ligne, chaque ligne correspondant à une cartographie de la luminosité des points (Figure II.10). Afin d'augmenter la précision des mesures des segments, il est nécessaire de réduire le nombre de pixels sur la transition correspondant au bord de la bille.

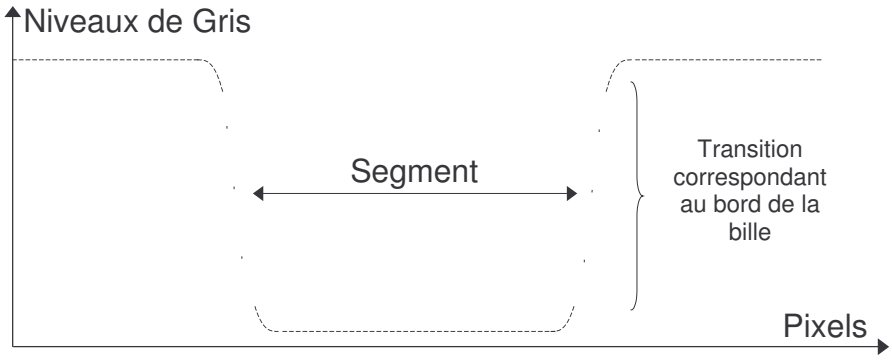


Figure II.10 - Cartographie de la luminosité des points le long du capteur CCD

La différence entre le niveau d'intensité haut et le niveau d'intensité bas correspond au contraste de l'image, tandis que le nombre de pixels sur la transition correspond à la netteté de l'image.

6.1. Conception de l'éclairage

La question fondamentale qui précède toute étude d'éclairage concerne la scène, les objets, le phénomène que l'on veut observer. Seule une étude approfondie des propriétés optiques de l'objet imagé et de l'information qu'on veut en extraire permet de définir judicieusement les caractéristiques intrinsèques de l'éclairage à mettre en oeuvre.

- **Spectre :**

Lorsque le phénomène à observer est visible par l'œil humain, ce qui est souvent le cas, on optera pour des éclairages conventionnels dont les spectres d'émission se situent dans la fenêtre du visible. D'autre part, certains défauts ou caractéristiques d'un objet ne sont apparents que dans une zone bien déterminée du spectre, invisible pour l'œil. On est donc parfois confronté à l'utilisation de lampes infrarouges, ou ultraviolettes, c'est notamment le cas pour le tri de certains minerais.

- **Puissance :**

La puissance lumineuse nécessaire à une application dépend de la vitesse de fonctionnement de la machine qui fixe le temps d'intégration maximum du capteur, c'est-à-dire le laps de temps durant lequel le capteur peut rester exposé au rayonnement, et du type de capteur mis en œuvre qui détermine sa capacité à percevoir le rayonnement émis par la source et à le transformer en impulsions électriques.

- **Géométrie :**

Trois paramètres géométriques importants concernent l'éclairage : la position par rapport à la cible, la nature (taille et forme) de la zone à éclairer et le type de faisceau émis.

  - *Taille et forme de la zone à éclairer :*

Plus la surface à éclairer est grande, plus on est confronté à des problèmes d'hétérogénéité. Il est beaucoup plus facile d'obtenir un éclairement homogène sur une ligne de quelques millimètres de large que sur une surface de plusieurs mètres carrés. La géométrie de l'objet influence également la qualité de l'éclairage. Un objet tri-dimensionnel projette des ombres qu'il est difficile d'éliminer totalement.

- *Type de faisceau :*

Les rayons lumineux peuvent être organisés en faisceaux divergents, collimatés ou diffus (Figure II.11). Dans un faisceau parfaitement divergent, les rayons sont issus d'une source ponctuelle. Dans un faisceau collimaté, tous les rayons sont parallèles. Pour produire un faisceau collimaté, on utilise un condenseur optique de telle manière à produire une source ponctuelle que l'on place au point focal d'une optique pour obtenir en sortie des rayons parallèles à l'axe optique.

Figure II.11 - Différents types de faisceaux lumineux

- **Différents types d'éclairage :**

Dans de nombreux cas pratiques, l'éclairage est placé du même côté de la cible que le capteur. On parle d'éclairage épiscopique. Les rayons qui atteignent le capteur sont réfléchis directement à la surface de l'objet. L'information reçue par le capteur caractérise donc essentiellement la surface de l'objet imagé.
Cependant, lorsque seule la taille et la forme de l'objet sont utiles à sa caractérisation, il est souvent plus efficace de placer la cible entre l'éclairage et la source. Par cet éclairage dit ombroscopique, on obtient une image parfaitement contrastée des contours d'objets qui peut être binarisée par simple seuillage. Cependant, aucune information ne subsiste quant à la couleur ou la texture du matériau.

La Figure II.12 présente deux types d'éclairage appliqués sur des particules de zinc de formes complexes possédant une surface réfléchissante texturée. Les images obtenues sont complémentaires l'une de l'autre. En éclairage ombroscopique collimaté, un simple seuillage permet d'obtenir le contour des particules avec une grande précision. En éclairage épiscopique diffus, on récupère de l'information sur la texture de surface à l'intérieur des grains.

Une source de lumière modifiée avec des objectifs pour former une ligne, un groupe de lignes ou une autre forme, produit un éclairage structuré. Un ou plusieurs rais de lumière, projetés sur un objet, produisent un dessin géométrique qui peut permettre de repérer les contours et mesurer des distances.

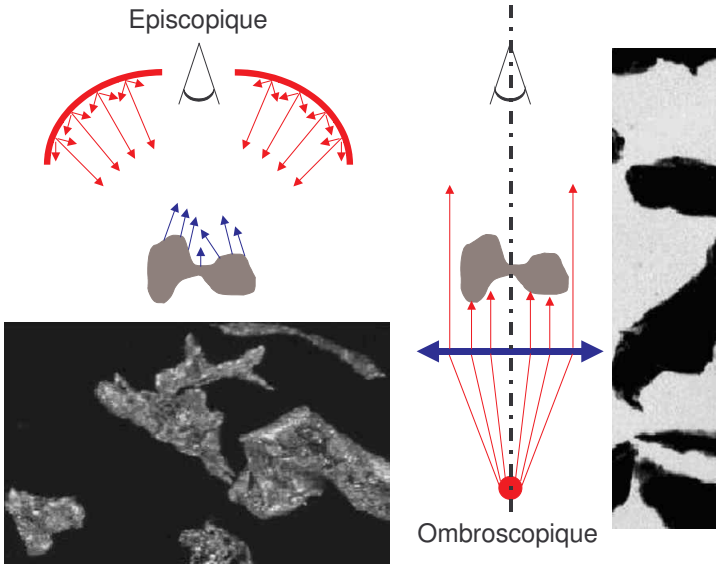


Figure II.12 - Particules sous éclairage épiscopique et ombroscopique collimatés

- **Technologie**

Il existe différents types d'éclairages disponibles dans le commerce :

- *Lumière incandescente* :

La lumière est produite en chauffant un filament. Une source incandescente largement utilisée dans un système de vision est la lampe halogène. Elles sont le plus souvent utilisées avec des sources de lumière à fibres optiques. La forme de l'émission de la fibre optique peut être un point, une ligne ou même une surface.

- *Lampe fluorescente :*

Elle émet de la lumière grâce à un matériau sur la surface interne de l'ampoule en fluorescence. Quand elles sont utilisées, la fréquence de fonctionnement du ballast doit être rapide afin de ne pas interférer avec la vitesse d'acquisition de la caméra.

Les lampes halogène et fluorescente sont très utilisées en microscopie.

- *Diodes à émission de lumière (LED) :*

Ce sont des appareils semi-conducteurs qui produisent une petite quantité de lumière visible typiquement dans des nuances de vert, jaune, rouge… compte tenu de la très faible quantité de lumière produite par une LED, un éclairage correct d'un objet en requiert, en général, plusieurs.

- **Intérêt d'une source monochromatique**

La caméra qui a été définie pour notre application possède un capteur de 5150 pixels. Avec l'objectif utilisé, on obtient une résolution d'environ 0,8 µm/Pixel.

En microscopie optique, la principale limitation est la résolution. La loi de Rayleigh énonce en effet que le détail le plus petit que l'on puisse observer est égal à la demi-longueur d'onde d'éclairement. Cela ne sert à rien d'augmenter le grossissement au-delà de cette limite, on n'aboutit qu'à diminuer la netteté de l'image (Figure II.13). En utilisant les ondes les plus courtes possibles (les ultraviolets) la limite est d'environ 0,25 µm, l'architecture cellulaire fine est donc hors de ses possibilités.

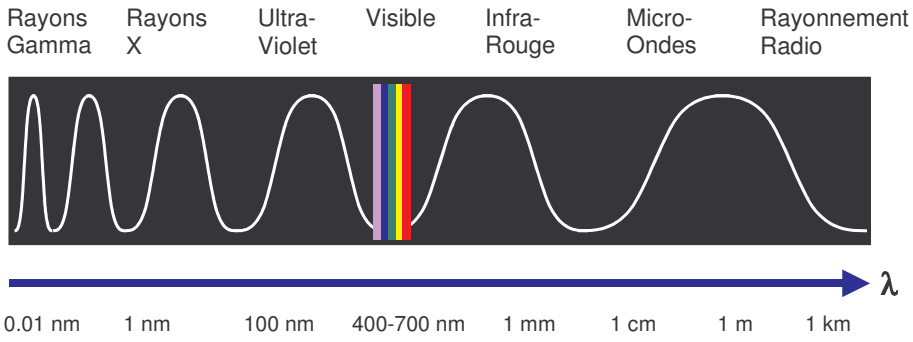


Figure II.13 - Spectre

Il est donc important d'utiliser une source monochromatique soit en jouant sur le type de source lumineuse, soit en ajoutant des filtres sur la source lumineuse ou la caméra.

- **Rayons parallèles**

Il est préférable en utilisant une lentille CCD télécentrique, d'utiliser un éclairage très homogène et parallèle. En effet l'éclairage parallèle, permet d'obtenir des contours d'objets bien contrastés. Avec un éclairage conventionnel, la transition entre le noir et le blanc se fait par un dégradé de gris sur plusieurs pixels. Avec un éclairage parallèle, la transition entre 20 et 80 % du front se fait en moins de 1 pixel.

6.2. Définition du besoin

En plaçant le capteur CCD en position verticale, on calcule la vitesse en regardant le déplacement du bord avant de la bille entre deux images prises par la caméra (Chapitre II4.4). La position du bord de la bille dans le champ de la caméra est donc une information très importante. L'image doit donc être nette, stable et bien contrastée afin d'obtenir le moins possible de pixels sur la transition (Figure II.10). Un éclairage ombroscopique et parallèle est alors le plus adapté. De plus, si l'on tient compte de la loi de Rayleigh, il est important d'avoir une source monochromatique afin de pouvoir observer des détails de l'ordre de 0,8 µm (Résolution de la caméra). Enfin, compte tenu de la longueur de l'objectif muni de la bague allonge, il est important d'avoir un éclairage suffisamment puissant.
Il a donc été décidé d'utiliser une LED rouge et un condenseur (Figure II.14) (Sill optics, Wendelstein, Allemagne) qui se déplacent face à la caméra le long du tube grâce à une platine de translation (Fenwick Automation, Saint Ouin, France).

Note : En raison de la longueur de la bague allonge, il se forme des réflexions de lumière au centre du capteur CCD, c'est pourquoi nous avons verni l'intérieur de la bague pour la rendre mate.

Figure II.14 - Eclairage : LED rouge munie d'un condenseur

7. Réalisation du tube

Le tube rempli d'huile dans lequel chute la bille a été conçu afin de réduire les réflexions de lumière parasites et les déformations optiques dues au cylindre. Le tube a été traité pour être noir et mat à l'intérieur. Quatre fentes diamétralement opposées sont découpées sur la hauteur du tube pour recevoir des lamelles planes en quartz (Mat Technologie, Morangis, France). Ces lamelles de verre planes permettent de réduire les déformations optiques qu'aurait engendré un tube cylindrique en verre classique.

Pour mesurer la vitesse limite de chute de la bille sans être perturbé par les effets de bout, le tube mesure 300 mm de hauteur et les lamelles de verre créent une ouverture permettant d'observer la chute de la bille sur 250 mm. La largeur des lamelles est limitée à 10 mm pour avoir une influence négligeable sur la circularité du tube. Le diamètre du tube est de 100 mm en raison de la distance de travail de l'objectif de la caméra qui nous oblige à le positionner à 90 mm de la bille placée au centre du tube.

L'assiette du tube est réglée à l'aide d'un plateau Micro-Contrôle (Evry, France) et contrôlée grâce à deux niveaux électroniques (Symétrie, Nîmes, France) (Figure II.15).

Afin de maintenir la bille dans l'huile et de la lâcher au centre du tube avec une vitesse nulle, nous avons mis au point un dispositif de lâché par aspiration. Une pompe permet de maintenir la bille dans le fluide étudié au centre du tube. Cette méthode nous permet ainsi d'utiliser n'importe quels matériaux pour effectuer les essais, contrairement à un électro-aimant. Deux platines Micro-Contrôle (Evry, France) nous permettent ensuite de positionner avec précision, par l'intermédiaire de la potence (Figure II.15), la bille au centre du tube.

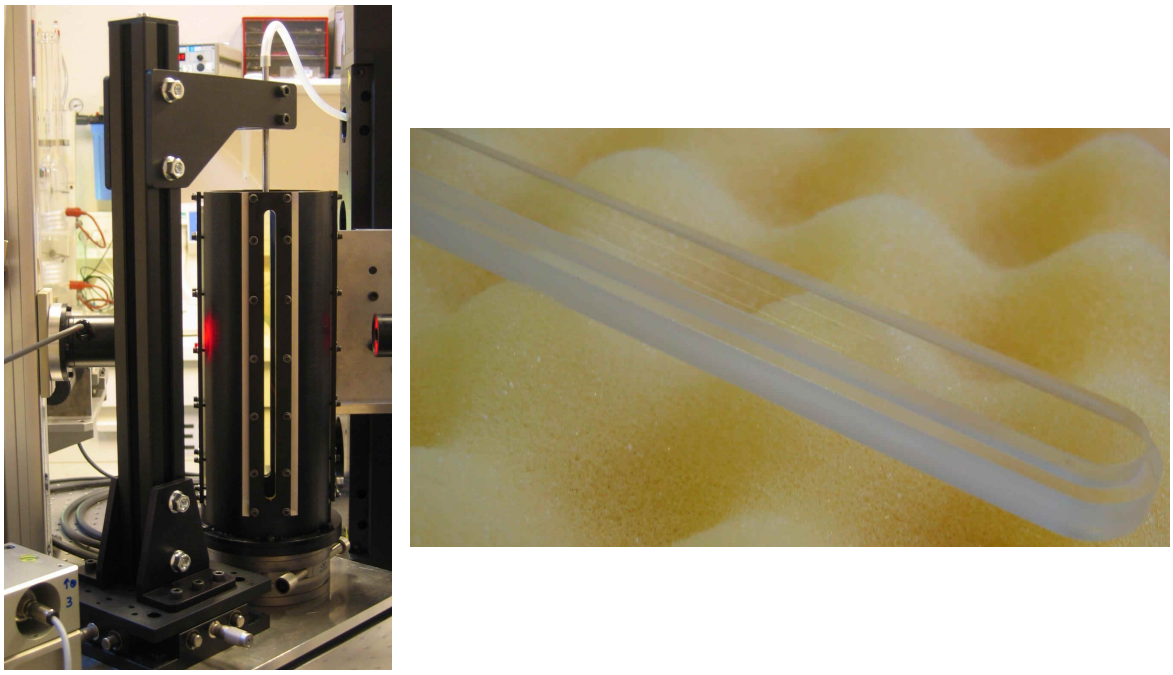


Figure II.15 - Tube et lamelle en quartz

8. Choix des billes

Les billes utilisées doivent être choisies de manière à garder des nombres de Reynolds très faibles en ayant une densité proche de celle de l'huile étudiée. De plus, en raison de la technique d'éclairage utilisée, il est nécessaire d'avoir des billes opaques. Les essais seront effectués avec des billes en tungstène, acier, céramique, verre, polyamide etc …, dont les diamètres varient entre 2 et 10 mm (Figure II.16). La matière de la bille, ainsi que son diamètre seront choisis pour chaque expérience en fonction de l'huile étudiée.

Figure II.16 - Billes de Nitrure de Silicium (2 mm à 10 mm)

9. Platine de translation

Pour suivre la bille dans sa chute, la caméra doit se déplacer le long du tube. Pour cela nous utilisons une platine de translation Micro-Contôle munie d'un moteur à courant continu (IMS 300) (Evry, France) (Figure II.17). Une vis au pas de 5 mm et un codeur rotatif 4000 points permettent d'obtenir une résolution de 1,25 µm. Cette platine permet de déplacer la caméra sur une distance de 300 mm, mais engendre des erreurs de positionnement dues aux angles de tangage, roulis et lacet.

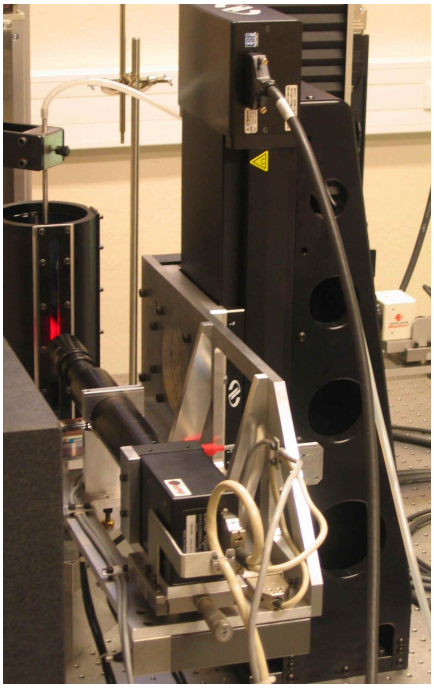


Figure II.17 - Platine de translation

9.1. Erreurs de positionnement [DAV,2001]

Tout objet se déplaçant dans l'espace possède six degrés de liberté. Trois linéaires, sur les axes x, y et z, et trois de rotation autour de ces mêmes axes [SLO,1992] (Figure II.18).
L'objectif d'un système de positionnement linéaire est de contraindre le mouvement d'un objet sur un seul axe de translation (Typiquement l'axe z).
Il existe alors cinq types d'erreurs correspondant aux cinq degrés de liberté restants :

- Translation sur l'axe x
- Translation sur l'axe y
- Rotation autour de l'axe x (Lacet)
- Rotation autour de l'axe y (Tangage)
- Rotation autour de l'axe z (Roulis)

Il est donc important d'examiner les effets de chaque type afin de les minimiser.

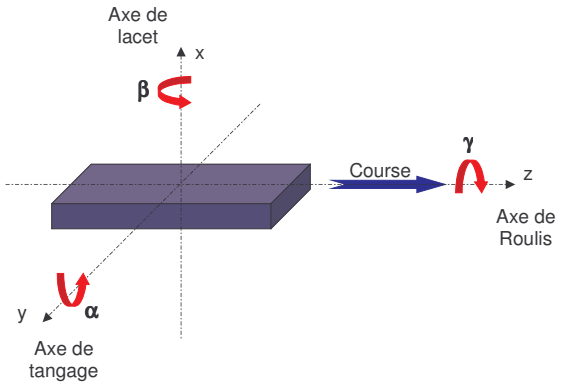


Figure II.18 - Angles de tangage, lacet et roulis

L'impact le plus important des erreurs angulaires est l'erreur d'Abbe qui affecte la précision du positionnement linéaire. A la différence d'une simple erreur de translation, l'erreur d'Abbe augmente lorsque la distance entre l'axe de mesure et la pièce de travail augmente.
Du nom de Ernst Abbe, cette erreur correspond à la combinaison d'une erreur angulaire et d'un décalage dimensionnel entre l'objet mesuré et l'axe de mesure. Elle se manifeste par une augmentation linéaire avec le bras de levier [PEG,1997].
Principe d'Abbe [ZHA,1989] :

- Pour une mesure de déplacement, le système de mesure doit être confondu avec le déplacement à mesurer
- Dans le cas où le système de mesure n'est pas confondu avec le déplacement à mesurer mais parallèle à celui-ci, la distance entre ces deux lignes est appelée l'offset d'Abbe, H.
- Dans le cas où on obéit au principe d'Abbe, l'erreur de mouvement angulaire du dispositif de mesure provoquera une erreur du second ordre dans les mesures, qui est souvent négligeable. Par contre, dans le cas contraire, pour lequel l'offset d'Abbe H est non nul, on aura une erreur du premier ordre $\delta = H\Delta\theta$: Cette erreur est appelée erreur d'Abbe.

  H : Offset d'Abbe
  θ : Angle d'Abbe

En pratique, toute table de translation présente des erreurs de tangage parce qu'elle se déplace le long d'un arc de cercle et non le long d'une droite. Ceci est dû à l'erreur de planéité du guide. La platine suit alors un léger arc de cercle au lieu d'une ligne parfaitement droite.
Un exemple est présenté sur la Figure II.19 [MCC,1991].
Si on suppose que la courbure est suffisante pour produire un angle de 40 arc-secondes (0,0002 rad) en se déplaçant de 250 mm, la sonde se sera déplacée de 250,1 mm, entraînant une erreur sur l'axe x de 100 µm. Il y aurait également un décalage suivant l'axe y de 25 µm.
L'erreur d'Abbe est insidieuse, et le meilleur moyen de la prendre en compte est de supposer la présence d'erreurs angulaires et de travailler à réduire chaque erreur et ses effets par une optimisation de la conception et un placement approprié de l'encodeur ou de la vis sans fin.
Dans l'exemple de la Figure II.19, l'erreur d'Abbe pourrait être diminuée en plaçant l'encodeur à gauche de la platine. Réduire le bras de levier ou monter l'encodeur à l'extrémité de l'échantillon serait le plus efficace.
Une élimination de l'erreur d'Abbe pourrait être effectuée en utilisant un interféromètre et en montant le réflecteur sur la sonde.

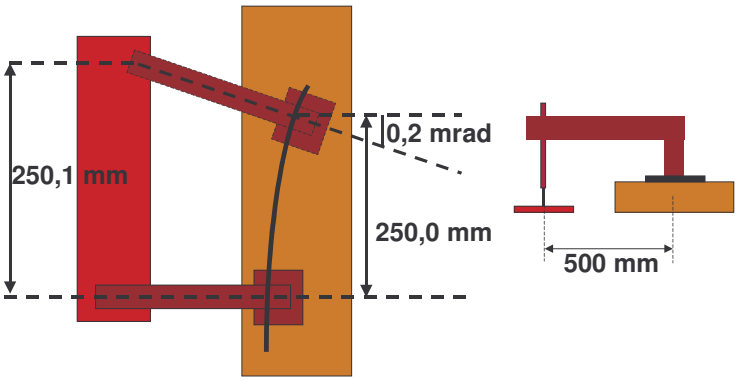


Figure II.19 - Erreur d'Abbe

Il existe un autre type d'erreur appelé erreur de cosinus. Cette erreur provient d'un mauvais alignement angulaire entre le mouvement de la table de translation et l'élément de précision (encodeur, faisceau de l'interféromètre laser, vis…). Dans la plupart des cas, elle a une influence négligeable sur la précision globale car le mauvais alignement doit être très important pour influencer la précision.
Si on considère le cas d'un déplacement de 250 mm avec un encodeur linéaire. L'encodeur est incliné par rapport à la direction du mouvement. Il mesurera donc un déplacement plus important que le déplacement réel. Pour un mauvais alignement de 0,1 mm, le décalage sera de :
$250^2 + 0{,}1^2 = 62500{,}01$, ou 250,00002 mm : l'erreur est de 20 nm.
Si la résolution de l'encodeur est de 1 µm, le décalage doit être de 71 µm pour générer une erreur significative. La conception des platines rend l'erreur de cosinus négligeable.

Les causes de ces erreurs peuvent être diverses, soit dues à l'usure de la machine, à un fléchissement de la machine en raison du poids agissant en porte à faux, ou à un mauvais alignement dû à une mauvaise installation.

Pour réduire l'erreur d'Abbe, il nécessaire de diminuer le bras de levier. Au lieu de placer la caméra dans le prolongement de la platine de translation, on peut la tourner pour qu'elle soit parallèle à la platine et que son centre de gravité coïncide avec le centre du chariot (Figure II.20).

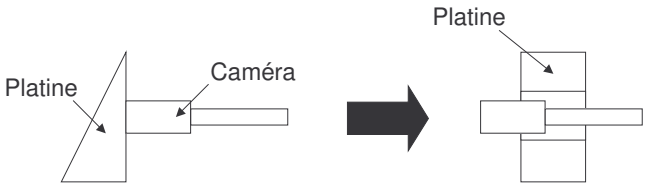


Figure II.20 - Rotation de la caméra

On passe alors d'un bras de levier de 650 mm à 325 mm. Le bras de levier peut être encore réduit en plaçant l'objectif sur l'axe de la platine. Il faut alors faire attention à la flèche engendrée par le poids de la caméra (Figure II.21).

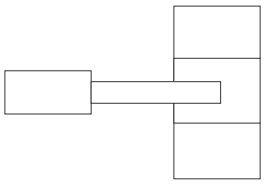


Figure II.21 - Réduction du bras de levier

On aura toujours un bras de levier d'environ 90 mm dû à la distance de travail de l'objectif.
Les deux graphiques suivant présentent l'erreur de positionnement vertical et transversal due aux erreurs de tangage et de lacet pour différents bras de levier, c'est à dire 650 mm et 90 mm, à partir des données fournies par Micro-Contrôle (Figure II.22).

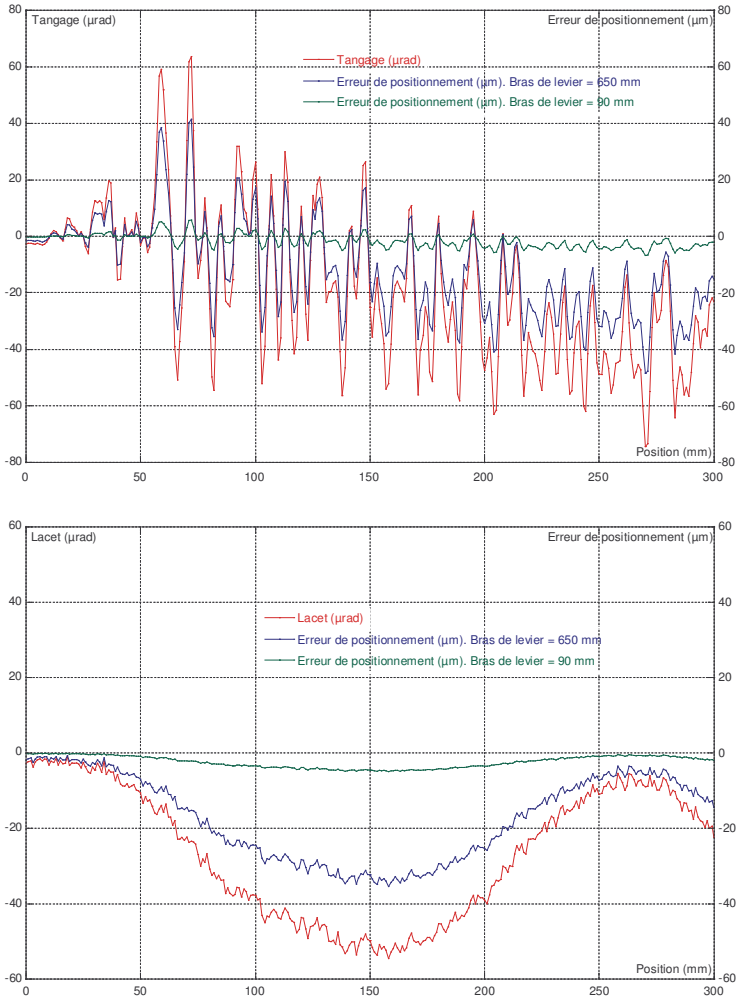


Figure II.22 - Erreurs de positionnement dues au tangage et au lacet

Nous avons donc rédigé un cahier des charges afin de concevoir une équerre permettant de fixer la caméra sur la platine (Figure II.23).

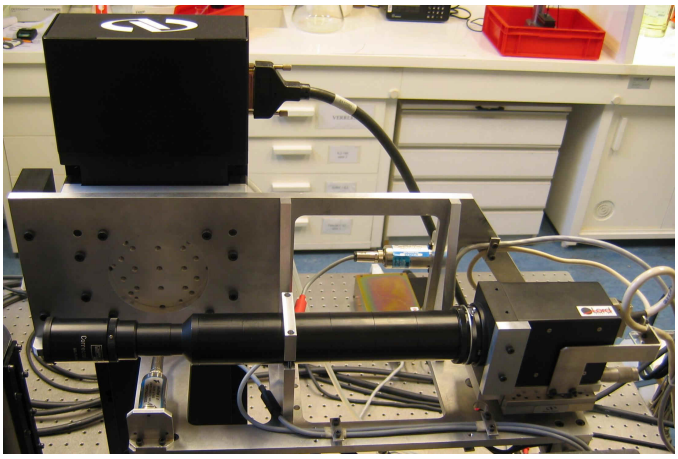


Figure II.23 - Equerre permettant de fixer la caméra sur la platine de translation, en réduisant le bras de levier

9.2. Influence des erreurs

Les erreurs d'angle (Tangage, lacet et roulis) vont avoir différentes influences suivant la méthode de mesure de vitesse de chute de la bille. La mesure de vitesse peut se faire de deux manières différentes :

- La caméra reste fixe et on mesure la vitesse de la bille lorsqu'elle passe dans le champ de la caméra.
- On donne à la caméra une vitesse constante de l'ordre de celle de la bille et on mesure la vitesse relative de la bille dans le champ de la caméra.

Nous allons nous intéresser à l'influence des erreurs d'angles suivant la méthode de mesure.

9.2.1. Angle de lacet

Dans le cas où la caméra reste fixe, l'erreur due à l'angle de lacet n'a pas d'influence sur la mesure de vitesse, mais sur la position verticale de la bille. Il faut donc corriger les valeurs pour reconstituer la trajectoire et le profil de vitesse le long de la chute. Si la caméra suit la bille à vitesse constante, l'erreur de lacet va entraîner une erreur à la fois sur la mesure de vitesse et sur la position de la bille (Figure II.24).

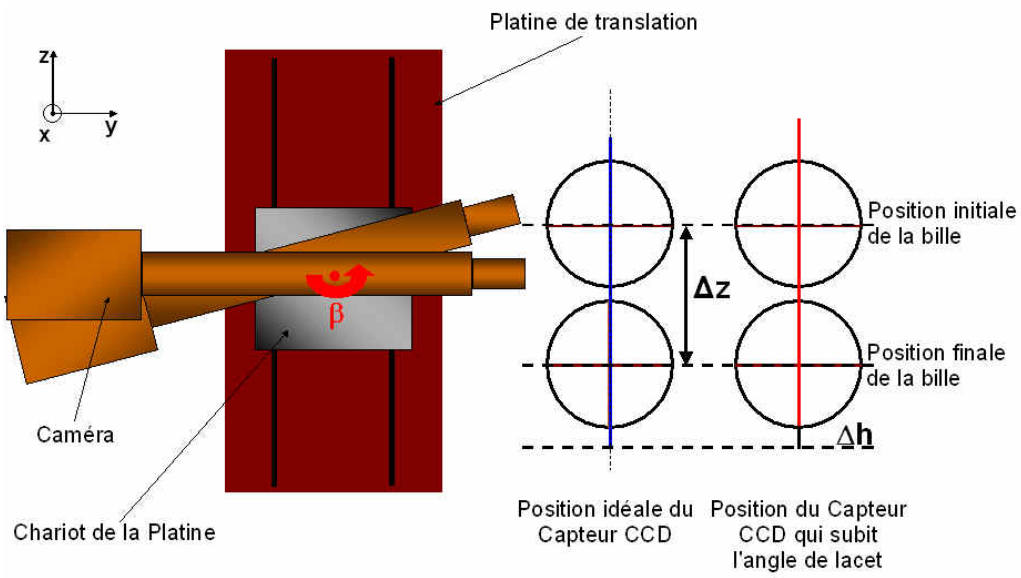


Figure II.24 - Influence de l'angle de lacet

L'erreur sur la position verticale de la bille va s'exprimer de la manière suivante (en considérant que $\sin\beta \approx \beta$) :

$$\Delta h_\beta = P\beta \tag{56}$$

Δh_β : Erreur sur la position verticale de la bille due à l'angle de lacet (m)

P=180 mm : Distance entre l'axe de la platine de translation et la bille (m)

β : angle de lacet (rad)

Pour un angle de lacet compris entre 0 et 60 µrad, on pourra avoir un décalage vertical de la caméra de 20 µm. Si on calcule l'incertitude-type sur Δh_β pour deux valeurs extrêmes de β (5 µrad et 100 µrad) avec une incertitude-type de 2 µrad, on obtient une incertitude de 0,4 µm sur la mesure de la position verticale.

9.2.2. Angle de roulis

Le roulis n'a aucune influence sur la mesure de vitesse lorsque la caméra est fixe, mais en a une sur la position transversale de la bille. Dans le cas où la caméra est en mouvement, l'influence est la même que dans le cas où la caméra est fixe (Figure II.25).

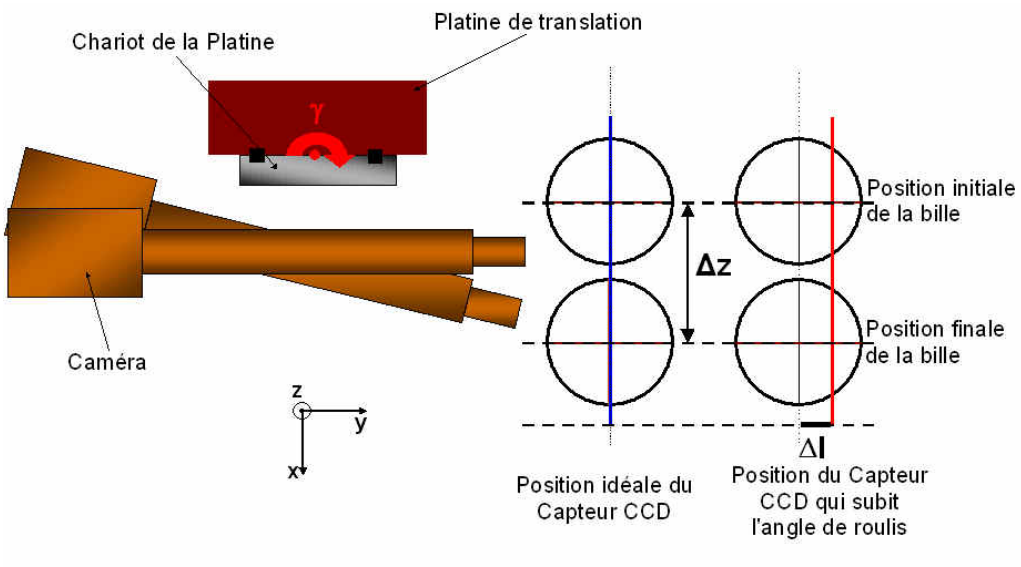


Figure II.25 - Influence de l'angle de roulis

L'erreur sur la position latérale de la bille va s'écrire ($\sin\gamma \approx \gamma$ et $\cos\gamma \approx 1$) :

$$\Delta l_\gamma = \gamma\sqrt{e^2 + P^2} \tag{57}$$

Δl_γ : Erreur sur la position latérale de la bille due à l'angle de roulis (m)
e=100 mm : Distance entre l'axe de la platine et l'axe de la caméra (m)
P=180 mm : Distance entre l'axe de la platine de translation et la bille (m)
γ : Angle de roulis (rad)
Un angle de roulis de 60 µrad provoque une déviation latérale de la caméra de 20 µm. En évaluant l'incertitude-type sur Δl_γ pour deux valeurs extrêmes de γ (2,5 µrad et 102 µrad) avec une incertitude-type de 2 µrad, on obtient une incertitude de 0,4 µm sur la mesure de la position latérale.

9.2.3. Angle de tangage

Le tangage a une incidence à la fois sur la mesure de vitesse et sur la position réelle de la bille dans les deux cas où la caméra est en mouvement ou fixe (Figure II.26).

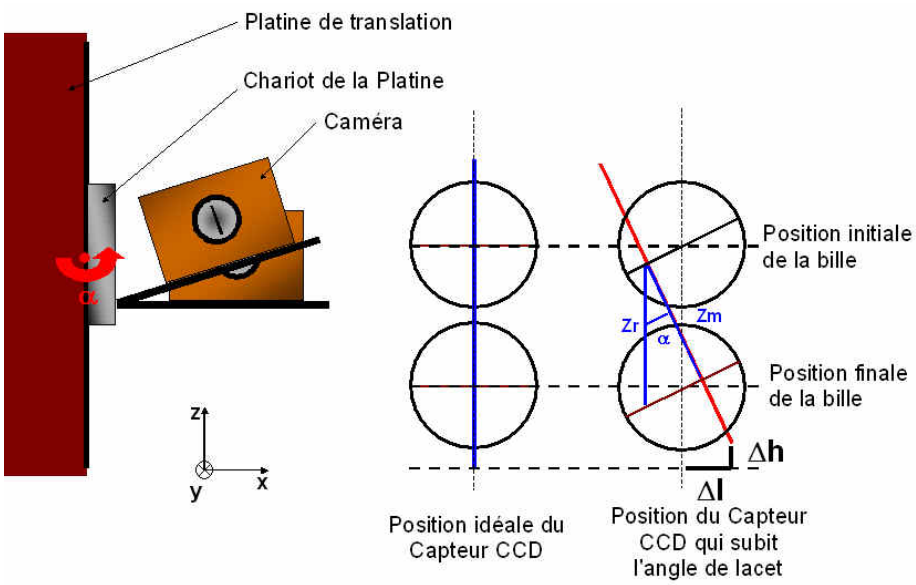


Figure II.26 - Influence de l'angle de tangage

L'erreur de tangage va faire pivoter le capteur CCD. Cette rotation ne s'effectuant pas autour de l'axe de la caméra, mais autour de celui de la platine, on aura un déplacement transversal et vertical du capteur. Ce déplacement va se rajouter aux erreurs de roulis et de lacet. En considérant toujours que les angles sont petits, on a $\sin\alpha \approx \alpha$ et $\cos\alpha \approx 1$.

L'erreur sur la position latérale de la bille va s'écrire :

$$\Delta l_\alpha = (a+b)\alpha \tag{58}$$

L'erreur sur la position verticale est :

$$\Delta h_\alpha = \Delta l_\alpha . \alpha = (a+b)\alpha^2 \tag{59}$$

L'erreur sur la mesure du déplacement est :

$$Zr = \frac{Zm}{\cos\alpha}$$

Compte tenu du fait que les angles sont petits :

$$Zr = Zm \tag{60}$$

Δl_α : Erreur sur la position latérale de la bille due à l'angle de tangage (m)

Δh_α : Erreur sur la position verticale de la bille due à l'angle de tangage (m)

a : Distance entre le pixel 0 du capteur CCD et le pixel activé (m)

b : Distance entre le pixel 0 du capteur CCD et l'axe de l'équerre (m)

Zr : Déplacement réel de la bille (m)

Zm : Déplacement de la bille mesuré dans le champ de la caméra (m)

α : Angle de tangage (rad)

Le tangage peut entraîner un décalage de 10 µm pour un angle de 80 µrad. En revanche le décalage vertical engendré sera négligé (De l'ordre du nanomètre).

On évalue l'incertitude-type sur Δl_α pour deux extrêmes de α (5 µrad et 100 µrad) avec une incertitude-type de 2 µrad. On obtient une incertitude de 0,1 µm sur la mesure de la position latérale.

9.3. Méthodes de mesure des angles de lacet, roulis et tangage

La platine possède un guidage par chemin de billes et un entraînement par vis à recirculation de billes. Or un guidage à bille est un guidage qui ne se répète pas à l'échelle du micromètre. L'allure générale des courbes d'étalonnage (Figure II.22) est reproductible mais pas les petites variations de l'ordre de quelques microns. Il est donc important de pouvoir corriger les défauts de la platine. Voici les dispositifs permettant de mesurer ces angles (Figure II.27).

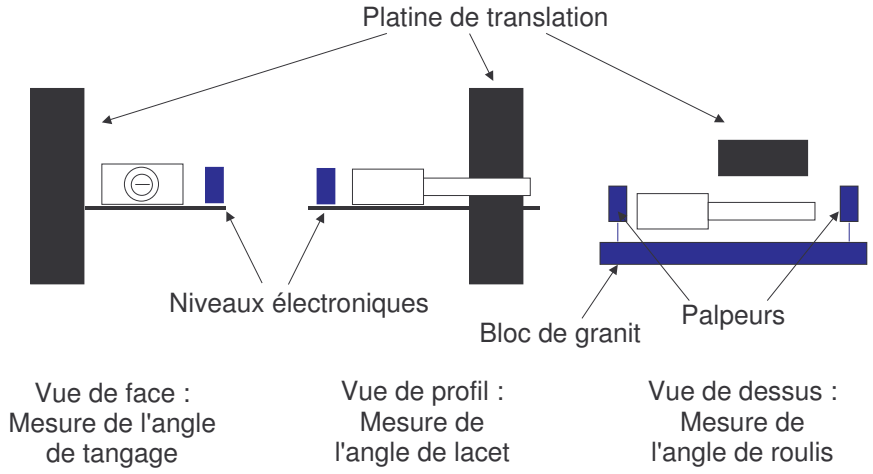


Figure II.27 - Mesure des angles de lacet, roulis et tangage

La mesure du lacet sera effectuée à l'aide d'un niveau électronique qui nous donne directement la valeur de l'angle. La mesure de l'angle de roulis est faite à l'aide de deux palpeurs. Ces palpeurs sont placés face à une surface de référence. On calcule l'angle de rotation de la caméra en connaissant la distance entre les palpeurs et le déplacement mesuré par chacun d'eux. Enfin, le tangage est mesuré avec un second niveau électronique.

9.4. Dimensionnement des dispositifs de mesure d'angle

Les niveaux électroniques nous permettent d'avoir une mesure directe des angles de lacet et de tangage. L'incertitude-type de mesure de ces dispositifs est d'environ 2 µrad (0,4 s). Les niveaux utilisés sont des capteurs Zerotronic de la société Wyler (Symétrie, Nîmes, France) (Figure II.28).

Figure II.28 - Niveau électronique

En ce qui concerne la mesure du roulis, on utilise deux palpeurs (Araxe, Heindenhain, France) avec une précision de 0,5 µm. Ces deux palpeurs sont placés face à un bloc de granit (Microplan, France) qui nous sert de surface de référence (Figure II.29). Le bloc est évidé au centre pour réduire sa masse. En connaissant la distance entre les deux et en comparant les valeurs de déplacement, on mesure l'angle de roulis (Figure II.30).

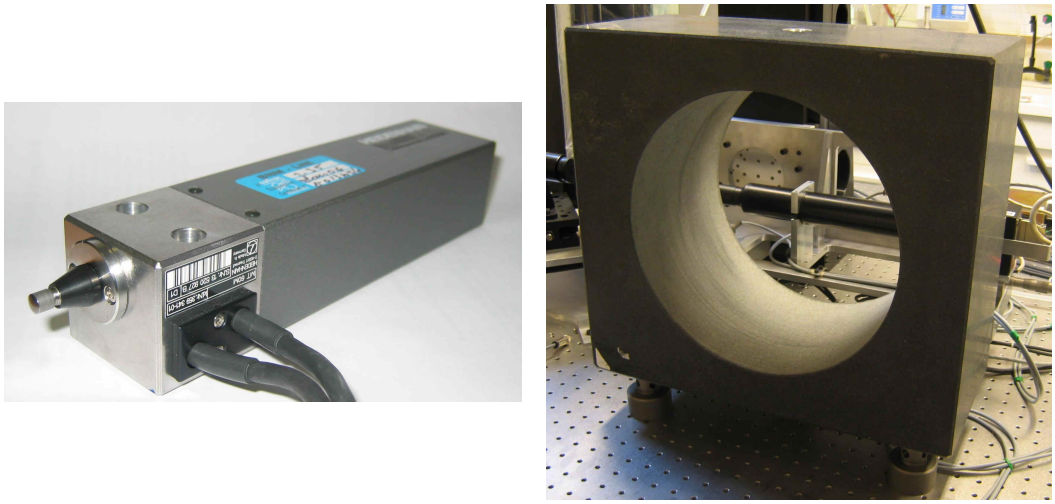


Figure II.29 - Palpeur et bloc de granit

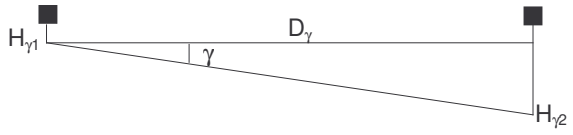


Figure II.30 - Mesure de γ

On calcule γ par la relation :

$$\gamma = \mathrm{Arc}\tan\left(\frac{H_{\gamma2} - H_{\gamma1}}{D_\gamma}\right) \tag{61}$$

avec :
γ : Angle de roulis (rad)
$H_{\gamma1}$: Longueur mesurée par le premier palpeur (m)
$H_{\gamma2}$: Longueur mesurée par le second palpeur (m)
D_γ : Distance entre les deux palpeurs (m)
L'expression de la variance de l'angle γ, $u(\gamma)$, s'écrit :

$$\begin{aligned} u^2(\gamma) = & \left[\frac{1}{D_\gamma}\frac{1}{1+\left(\frac{H_{\gamma2}-H_{\gamma1}}{D_\gamma}\right)^2}\right]^2 u^2(H_{\gamma2}) \\ & + \left[\frac{-1}{D_\gamma}\frac{1}{1+\left(\frac{H_{\gamma2}-H_{\gamma1}}{D_\gamma}\right)^2}\right]^2 u^2(H_{\gamma1}) \\ & + \left[\frac{-H_{\gamma2}+H_{\gamma1}}{D^2{}_\gamma}\frac{1}{1+\left(\frac{H_{\gamma2}-H_{\gamma1}}{D_\gamma}\right)^2}\right]^2 u^2(D_\gamma) \end{aligned} \tag{62}$$

Pour deux cas extrêmes, on calcul l'incertitude sur la mesure de l'angle γ : γ = 2,5 µrad et γ = 102 µrad. Avec des palpeurs nous permettant d'avoir une incertitude-type de 0,5 µm, on obtient les incertitudes-types sur la mesure de γ présentées dans le Tableau II.3.

$H_{\gamma2} - H_{\gamma1}$	γ	$u(\gamma)$
40 µm	102 µrad	1,82 µrad
1 µm	2,5 µrad	1,80 µrad

Tableau II.3 - Incertitude-type sur l'angle de roulis

La distance entre les deux palpeurs (D_γ) a été choisie pour qu'ils soient le plus éloignés possibles. Compte tenu des dimensions de l'équerre, D_γ = 393 mm.
L'incertitude de mesure des 3 angles (lacet, roulis et tangage) sera donc d'environ 2 µrad ou 0,4s.

10. Mesure de la température

La mesure de température s'effectue à l'aide d'une chaîne composée d'un indicateur numérique et d'une sonde à résistance de platine 25 ohm (Tinsley) (Figure II.31). Sa résolution est de 1mK et l'incertitude-type de mesure, de 0,4 mK.

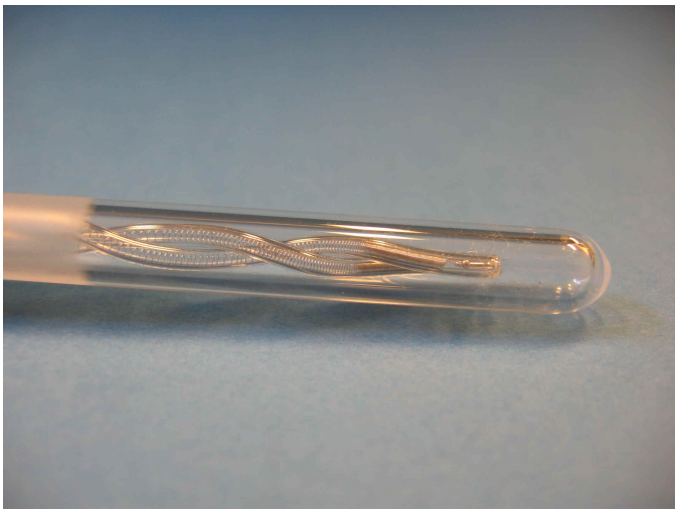


Figure II.31 - Elément sensible de la sonde de température

L'huile est mélangée avant l'expérience afin de l'homogénéiser et de stabiliser la température. La température de l'huile est mesurée à l'aide de cette sonde placée sur l'axe du tube. La valeur de la température prise pour le calcul de la viscosité est donc relevée juste avant le début de l'expérience. Cette méthode permet de stabiliser la température de l'huile au millikelvin près, le temps d'effectuer la mesure de viscosité (Figure II.32).

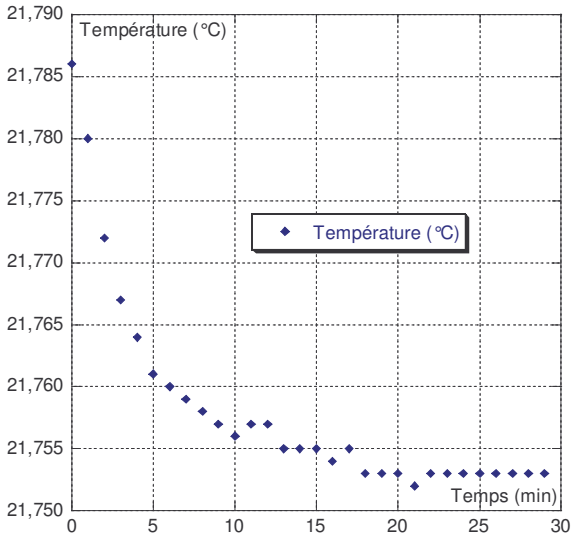


Figure II.32 - Evolution de la température dans le tube après mélange de l'huile

L'huile est mélangée à t=0 et la température se stabilise au bout de 20 minutes environ.

11. Interfaçage du banc

Pour effectuer les mesures, nous devons interfacer les différents appareils. Cette opération est effectuée sous LabVIEW (National Instruments, Le Blanc-Mesnil, France) qui est un langage de programmation graphique. Ce langage nous offre la possibilité de créer des interfaces utilisateur permettant de piloter les différents éléments du banc et de traiter les données afin d'effectuer les mesures de vitesses.

La caméra linéaire nous permet d'avoir des fréquences d'acquisition pouvant aller jusqu'à 3,7 kHz. Nous effectuons des mesures à 3 fréquences différentes : 10 Hz, 100 Hz et 1000 Hz. Ces mesures nous permettent, à 100 et à 1000 Hz de suivre l'évolution de la vitesse de la bille en mesurant des vitesses quasi instantanées, alors qu'à 10 Hz, nous obtenons une valeur un peu plus moyennée qui nous donne une meilleure incertitude de mesure. En effet, la vitesse de la bille est obtenue en mesurant le déplacement du bord avant de la bille entre deux images consécutives (Chapitre II4.4). La mesure du temps est donc donnée par la fréquence d'acquisition de la caméra.

Le programme doit nous permettre d'acquérir et d'enregistrer les différentes images de la position de la bille sur le disque dur, de traiter les images pour trouver, à chaque instant, la position de son barycentre et de calculer la vitesse de déplacement de la bille. Pour des fréquences de 1000 Hz, la qualité de la mesure repose alors sur le fait d'être certain qu'aucune image n'est perdue pendant l'acquisition, ce qui aurait pour effet désastreux d'induire des erreurs lors du calcul de la vitesse. Pour cela l'acquisition tourne en continu et l'enregistrement des images ne débute que lorsque la caméra détecte la présence de la bille. Une séquence d'images, dont le nombre a été préalablement défini, est alors enregistrée dans des buffers.

Plusieurs mesures sont effectuées le long du tube (Chapitre II13). Après chaque acquisition et enregistrement dans des buffers, la caméra est déplacée pour atteindre sa nouvelle position.

L'enregistrement des images sur le disque dur ne se fait qu'une fois les acquisitions terminées. Les images sont alors triées, puis traitées pour calculer la position du bord avant de la bille et sa vitesse.

Cette étape s'effectue à l'aide de Vision Development Module (National Instruments, Le Blanc-Mesnil, France). Un algorithme permet de détecter la position du bord de la bille. Ce code est ensuite exporté sous LabVIEW afin d'être incorporé à l'ensemble du programme.
L'annexe 1 présente l'architecture du programme ainsi qu'un exemple de programme effectuant l'acquisition des images.

12. Etalonnage des instruments

L'étalonnage des instruments est une partie importante de la mise en place du banc. La plupart des éléments sont étalonnés au LNE.
Les défauts de la platine de translation (Lacet, roulis et tangage) ne sont pas étalonnés, nous les mesurons pour chaque expérience avec les niveaux électroniques et les palpeurs. Par contre la règle optique de la platine nous permettant de faire les mesures de position est étalonnée. Les palpeurs accompagnés du bloc de granit et les niveaux électroniques ont été pris en charge par le laboratoire d'étalonnage en dimensionnel.
Nous avons également fait étalonner la masse et le diamètre des billes afin de calculer leur densité, la densité de l'huile et la sonde de température.

En ce qui concerne la caméra, le problème est un peu différent. L'étalonnage de la caméra doit nous permettre d'obtenir la mesure de la position de la bille dans le champ de la caméra et sa taille à l'image, c'est à dire la résolution et le grossissement de tout le système (Caméra + Objectif + Lamelles de verre + Huile). Par ailleurs, dans le cas d'un étalonnage de la caméra par un laboratoire de métrologie, ces valeurs ne seront valables que pour une position donnée du système cité précédemment.
Le problème, dans le cas de notre banc, est que l'huile et les billes sont amenées à changer. Dans ce cas, la mise au point sur la bille devra être refaite et la caméra devra être déplacée à chaque expérience. L'étalonnage ne sera donc, par conséquent, plus valable.
La caméra est actuellement montée sur une platine Micro-Contrôle, munie d'une règle optique ayant une résolution de 0,1 µm que l'on a fait étalonner.
La méthode d'étalonnage de la caméra est la suivante :

- On plonge la bille dans l'huile étudiée au centre du tube et on la maintient avec le système de lâché.
- On effectue la mise au point sur l'extrémité inférieure de la bille (Figure II.33).

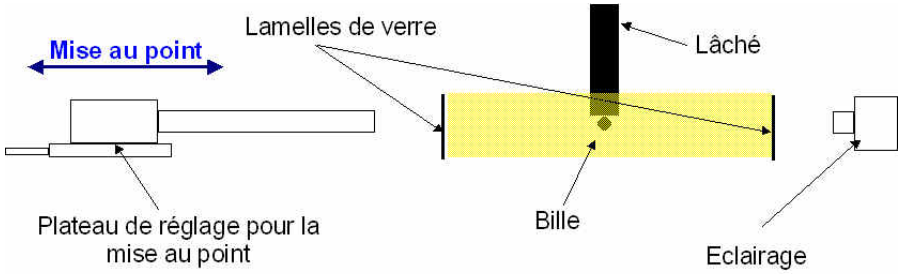


Figure II.33 - Mise au point sur la bille

- Une fois cette mise au point effectuée, on ne touche plus à rien. On positionne alors la caméra, à l'aide de la platine Micro-Contrôle, pour que l'extrémité de la bille soit en haut du capteur (Figure II.34).

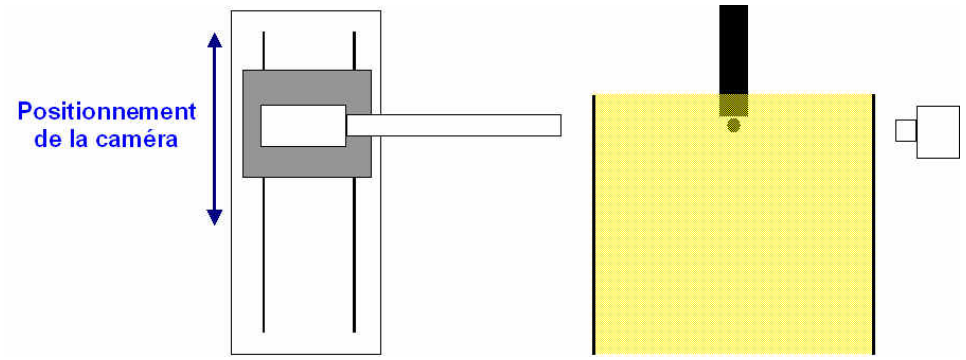


Figure II.34 - Positionnement de la caméra

- Enfin, on déplace la caméra devant la bille, d'un pas de 0,1 mm. On regarde alors le déplacement de l'extrémité de la bille le long du capteur dans le champ de la caméra auquel on applique les corrections dues aux erreurs de tangage, lacet et roulis.

On obtient alors le grossissement du système ainsi que son évolution le long du capteur et cela pour chaque expérience (distorsion éventuelle de l'objectif caractérisée, …).
Le calcul de la résolution va donc être donné par la relation suivante :

$$R_i = \frac{\Delta L + C_\beta + C_\gamma + C_\alpha}{B_i - B_{i-1}}$$

ΔL : Pas de déplacement de la caméra donné par la platine de translation (m)
B_i : Position du bord de la bille dans le champ de la caméra (Pixel)
$C_\beta, C_\gamma, C_\alpha$: Corrections dues aux angles de lacet, tangage et lacet (m)

Nous allons donc chercher à exprimer chacune de ces corrections.

- Correction due à l'angle de lacet :

L'angle de lacet entraîne un décalage vertical de la caméra (Equation 56). La correction à appliquer va donc être :

$$C_\beta = P\beta \qquad (63)$$

- Correction due à l'angle de roulis :

L'angle de roulis entraîne une erreur sur la position latérale de la caméra (Equation 57). Or, la bille est sphérique. Cette erreur va donc, par conséquent, provoquer une erreur sur la mesure de la position verticale de la bille (Figure II.35).

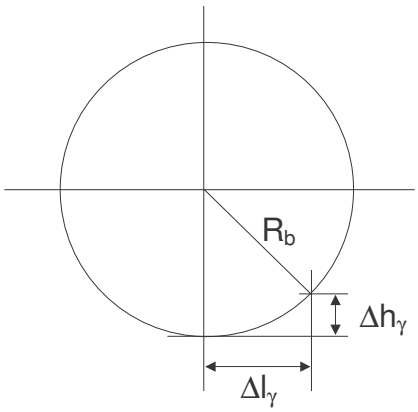


Figure II.35 - Erreur due à la sphéricité de la bille

$$C_\gamma = R_b - \sqrt{R_b^2 - \Delta l_\gamma^2}$$
$$= R_b - \sqrt{R_b^2 - \gamma^2 \left(e^2 + P^2\right)^2}$$

R_b : Rayon de la bille

Compte tenu de la faible valeur de γ, le terme en γ^2 est négligeable.

$$C_\gamma = 0 \qquad (64)$$

- Correction due à l'angle de tangage :

L'angle de tangage engendre une erreur sur la positon latérale de la bille (Equation 58). De la même manière que pour l'angle de roulis, cette erreur va provoquer une erreur sur le positionnement vertical à cause de la sphéricité de la bille. De plus, nous avons vu que l'erreur sur la position verticale (Equation 59) était négligeable dans le cas du tangage (Chapitre II9.2.3).

$$C_\alpha = R_b - \sqrt{R_b^2 - \Delta l_\alpha^2}$$
$$= R_b - \sqrt{R_b^2 - \alpha^2 (a+b)^2}$$

Pour les même raisons que dans le cas du roulis :

$$C_\alpha = 0 \qquad (65)$$

Finalement, la résolution de la caméra est donnée par :

$$R_i = \frac{\Delta L + P\beta}{B_i - B_{i-1}}$$

Afin de caractériser tout le capteur CCD, le calcul de la résolution est effectué n fois le long du capteur. La Figure II.36 présente un exemple de mesure de résolution le long du capteur CCD. Dans ce cas, le pas de déplacement de la caméra devant la bille est de 0.1 mm. On représente alors le déplacement correspondant en pixel tout le long du capteur.

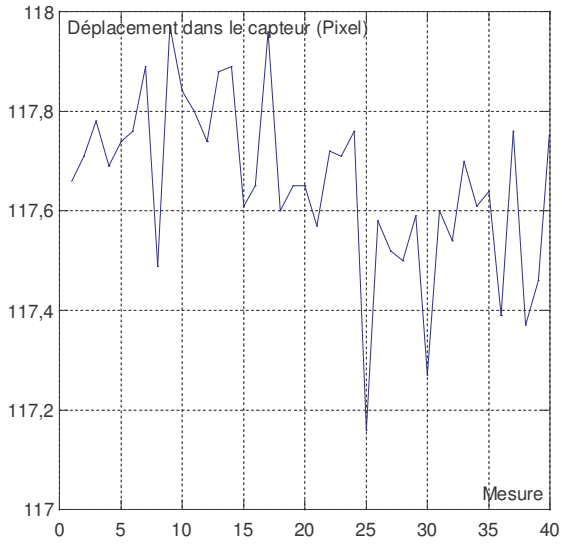


Figure II.36 - Exemple de mesure de résolution le long du capteur CCD

On constate une légère diminution du déplacement correspondant en pixel, tout le long du capteur. Cette diminution, attribuée à la distorsion de l'objectif, représente un écart de 0,2 µm environ sur le déplacement mesuré. Pour calculer la résolution globale de la caméra, nous prendrons la moyenne des résultats, et pour tenir compte de la distorsion, nous calculerons l'écart-type sur les mesures obtenues :

$$R = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} R_i \quad \text{avec} \quad R_i = \frac{\Delta L + P\beta_i}{B_i - B_{i-1}} \tag{66}$$

13. Mesure et calcul de la vitesse limite

Nous avons vu au Chapitre II4.4 que la vitesse de chute de la bille est mesurée avec le capteur CCD en position verticale. Le calcul se fait en mesurant le déplacement de la bille dans le champ de la caméra entre deux images. La distance parcourue par la bille est alors mesurée en pixels (Annexe 2) et convertie en mètres en connaissant la résolution de la caméra (Chapitre II12). La vitesse est donnée par la relation suivante :

$$U_{i\infty} = \frac{\Delta z}{\Delta t} = \frac{B_i - B_{i-1}}{\Delta t} R \tag{67}$$

On effectue plusieurs mesures le long du tube. La caméra reste fixe et l'on mesure la vitesse de la bille dans le champ de la caméra. Une fois la bille passée, la caméra est déplacée pour la mesure suivante. La première mesure est faite juste après le lâché et les suivantes tous les 3 cm. La première permet de mettre en évidence le transitoire de la bille, les autres donnent la vitesse limite atteinte par la bille (Figure II.37).

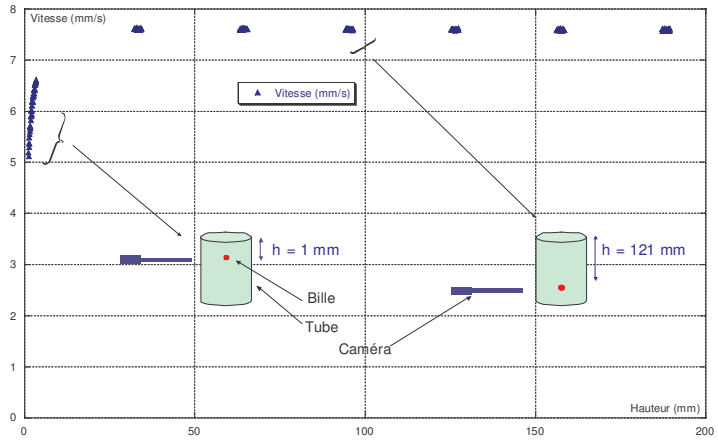


Figure II.37 - Exemple de mesure de vitesse de chute sur la hauteur du tube

La mesure de viscosité, en utilisant l'équation 54, n'étant valable que lorsque le régime permanent est atteint (Chapitre I3.4), nous effectuons un test par une méthode statistique, décrite en annexe 3, pour déterminer la zone où le régime établi est atteint [ECT,2002] en comparant la moyenne et la variance des mesures. On calcule donc la vitesse moyenne pour chaque hauteur de mesure :

$$U_\infty = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} U_{i\infty} \qquad (68)$$

La procédure de calcul est la suivante. La mesure de la vitesse s'effectue à plusieurs fréquences d'acquisition (100 Hz et 10 Hz).
A partir des mesures faites à 100 Hz, on calcule la vitesse moyenne et l'écart-type pour chaque hauteur de mesure. A cette fréquence, on obtient une mesure quasi instantanée de la vitesse. On effectue alors le test statistique pour connaître la zone où la vitesse limite est atteinte. Enfin, on utilise les mesures faites à 10 Hz, correspondant à la région où le régime permanent est atteint, pour calculer la vitesse limite de chute de la bille.
Note : La mesure de température est faite dans la zone où la bille atteint sa vitesse limite.

14. Procédure de mesure de la viscosité dynamique

Nous avons décrit, dans ce chapitre, le développement du banc expérimental nous permettant de mesurer la viscosité dynamique d'un fluide Newtonien (Figure II.38). La mesure de la viscosité va s'effectuer en plusieurs étapes, que nous allons décrire.

- L'huile est tout d'abord mélangée afin de l'homogénéiser et de stabiliser la température (Chapitre II10).
- La sonde de température est ensuite plongée au centre du tube à une immersion d'environ 140 mm, ce qui correspond à la zone où la vitesse limite de chute de la bille est atteinte.
- La bille, maintenue à l'extrémité du dispositif de lâché, est positionnée au centre du tube et l'on effectue la mise au point de la caméra sur l'extrémité inférieure (Chapitre II7).
- L'étalonnage de la caméra peut alors débuter (Chapitre II12). La caméra se déplace d'un pas fixé (0,1 mm par exemple) devant l'extrémité de la bille. La valeur de la résolution de la caméra est donc déterminée.

- Une fois cet étalonnage terminé, la caméra se place automatiquement sous la bille en attente de sa détection pour démarrer l'acquisition (Chapitre II11).
- On retire alors la sonde de température. La température de l'huile a eu le temps de se stabiliser pendant la durée de l'étalonnage de la caméra (Figure II.32).
- La bille est lâchée en coupant l'aspiration de la pompe. La caméra détecte la bille et commence l'acquisition.
- Plusieurs mesures de vitesse sont faites le long du tube (Figure II.37).
- Une fois l'acquisition terminée, on détermine la zone où la vitesse limite est atteinte (Annexe 3) pour calculer sa valeur.
- Il s'agit alors de calculer la valeur de viscosité à partir de l'équation 54. Or nous avons besoin de connaître le nombre de Reynolds qui dépend également de la viscosité dynamique. Pour cela, on fait un premier calcul de viscosité en considérant que le nombre de Reynolds est nul :

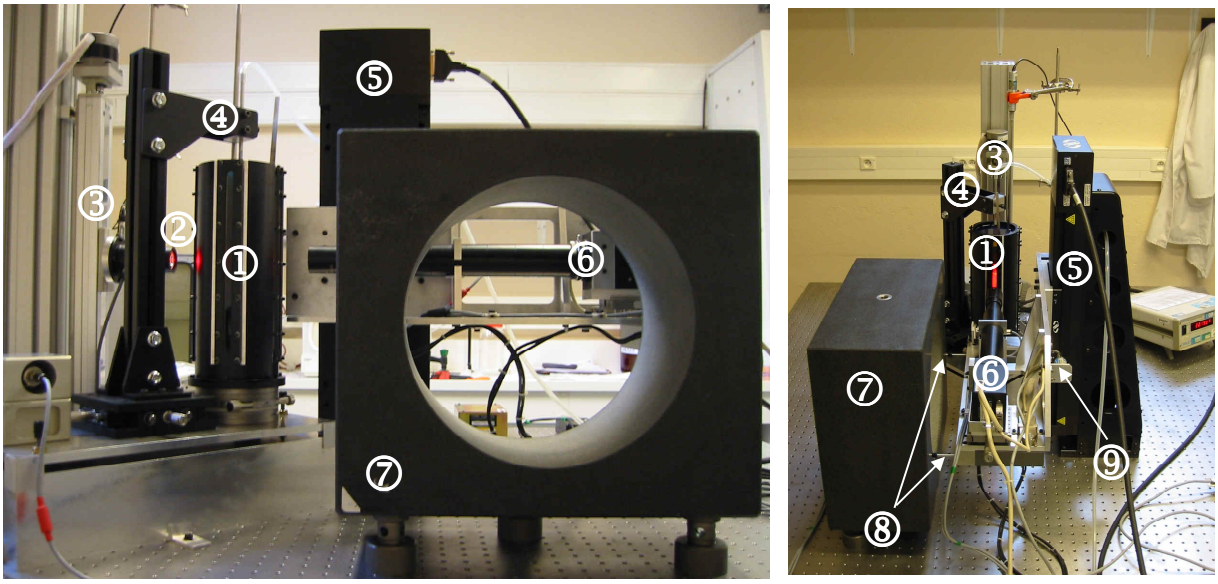
$$\eta = \frac{d^2}{18U_\infty}(\rho_b - \rho)g\left[1 - 2{,}104\frac{d}{D} + 2{,}09\left(\frac{d}{D}\right)^3 - 0{,}95\left(\frac{d}{D}\right)^5\right]$$

On recalcule ensuite la viscosité en tenant compte du nombre de Reynolds à partir de l'équation 54 :

$$\eta = \frac{d^2}{18U_\infty}(\rho_b - \rho)g\left[1 - \frac{3}{16}Re - \frac{d}{D}f\left(\frac{Re/4}{d/D}\right) + 2{,}09\left(\frac{d}{D}\right)^3 - 0{,}95\left(\frac{d}{D}\right)^5\right]$$

Il n'est pas utile d'effectuer d'autres itérations pour calculer le nombre de Reynolds. En effet, il ne varie plus dès la seconde itération.

Il est donc maintenant nécessaire de calculer l'incertitude associée à ce résultat de mesure.



①: Tube cylindrique
②: Eclairage
③: Platine de translation permettant de déplacer l'éclairage
④: Dispositif de lâché de bille
⑤: Platine de translation permettant de piloter la caméra
⑥: Caméra
⑦: Bloc de granit
⑧: Palpeurs
⑨: Niveaux électroniques

Figure II.38 - Banc expérimental de mesure de viscosité

Chapitre III : Incertitudes

Lorsque l'on exprime un résultat de mesure, il est nécessaire d'indiquer une incertitude afin de donner une indication quantitative sur sa qualité et de pouvoir le comparer soit à un autre résultat de mesure soit à une valeur indiquée dans une spécification ou une norme.
La définition de l'incertitude de mesure est donnée par le VIM (Vocabulaire international des termes fondamentaux de métrologie) [VIM,1994] :

Paramètre associé au résultat d'un mesurage qui caractérise la dispersion des valeurs qui pourraient raisonnablement être attribuées au mesurande.

Note : Les termes "mesurage" et "mesurande" sont définis dans le Chapitre III1.
Par conséquent, le résultat de mesure n'est pas une valeur unique, mais un ensemble de valeurs numériques pas toutes également probables que l'on appelle « variable aléatoire » (Figure III.1).

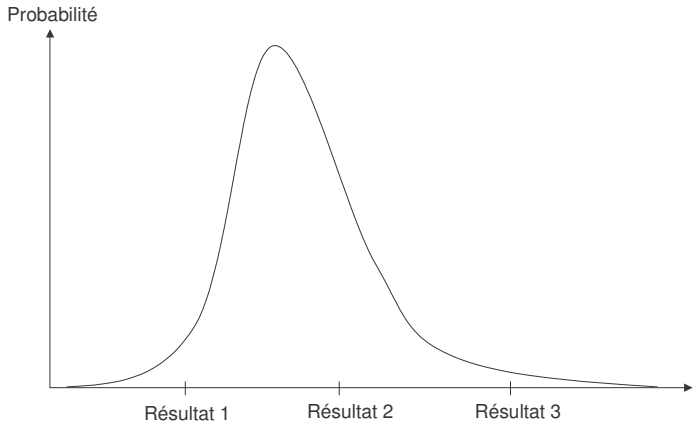


Figure III.1 - Distribution des résultats de mesure

Une variable aléatoire est une variable pouvant prendre n'importe quelle valeur d'un ensemble déterminé de valeurs, et à laquelle est associée une loi de probabilité, dont quelques exemples sont présentés sur Figure III.2.

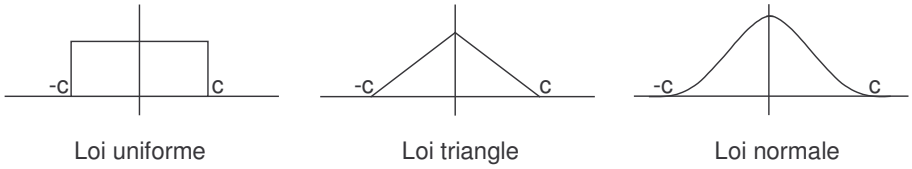


Figure III.2 - Lois de probabilité d'étendues 2c

Un mesurage présente, en général des imperfections qui occasionnent une erreur pour le résultat de mesure. Cette erreur possède deux composantes (Figure III.3) :

- Erreur aléatoire : *Résultat d'un mesurage moins la moyenne d'un nombre infini de mesurages, effectués dans des conditions de répétabilité.*
- Erreur systématique : *Moyenne qui résulterait d'un nombre infini de mesurages, effectués dans les conditions de répétabilité, moins une valeur vraie du mesurande.*

Les erreurs aléatoires peuvent être réduites en augmentant le nombre d'observations indépendantes (x_i) et en prenant la moyenne de ces valeurs ($\overline{x}$), alors que les erreurs systématiques peuvent être diminuées en appliquant des corrections.

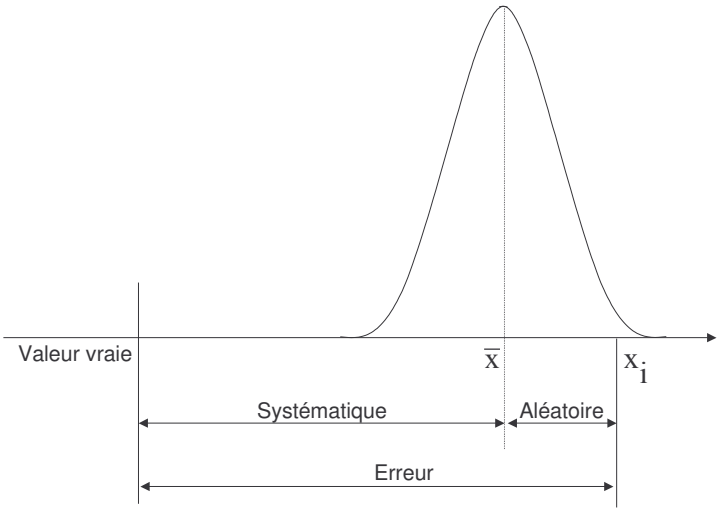


Figure III.3 - Erreurs

L'erreur systématique est égale à l'erreur moins l'erreur aléatoire.

1. Définitions

Nous allons tout d'abord définir quelques termes utiles à la lecture de ce chapitre [VIM,1994] :

- Mesurage : Ensemble d'opérations ayant pour but de déterminer une valeur d'une grandeur.

- Mesurande : Grandeur particulière soumise à mesurage.
- Valeur vraie (d'une grandeur) : Valeur compatible avec la définition d'une grandeur particulière donnée (C'est une valeur que l'on obtiendrait par un mesurage parfait).
- Erreur de mesure : Résultat d'un mesurage moins une valeur vraie du mesurande.
- Répétabilité : Etroitesse de l'accord entre les résultats des mesurages successifs du même mesurande, mesurages effectués dans la totalité des mêmes conditions de mesure.
- Reproductibilité : Etroitesse de l'accord entre les résultats des mesurages du même mesurande, mesurages effectués en faisant varier les conditions de mesure.
- Dérive : Variation lente d'une caractéristique métrologique d'un instrument de mesure.

2. Méthodes de calcul

Il existe plusieurs démarches pour calculer l'incertitude associée à un résultat de mesure [GUM,1999]. La méthode classique consiste à utiliser la méthode de propagation des incertitudes. Elle permet de calculer l'incertitude-type composée d'un mesurande Y. Ce mesurande est déterminé à partir de n grandeurs d'entrées grâce à une relation fonctionnelle :

$$Y = f(X_1, X_2, ..., X_n) \tag{69}$$

Le résultat de mesure est obtenu en utilisant des estimations d'entrées $x_1, x_2, ..., x_n$ pour les valeurs des n grandeurs d'entrée $X_1, X_2, ..., X_n$, et pour lesquelles on détermine les incertitudes-types $u(x_i)$.
La loi de propagation des incertitudes, permet comme son nom l'indique de propager les incertitudes-types des grandeurs d'entrée pour déterminer l'incertitude-type composée $u(y)$ (Figure III.4).

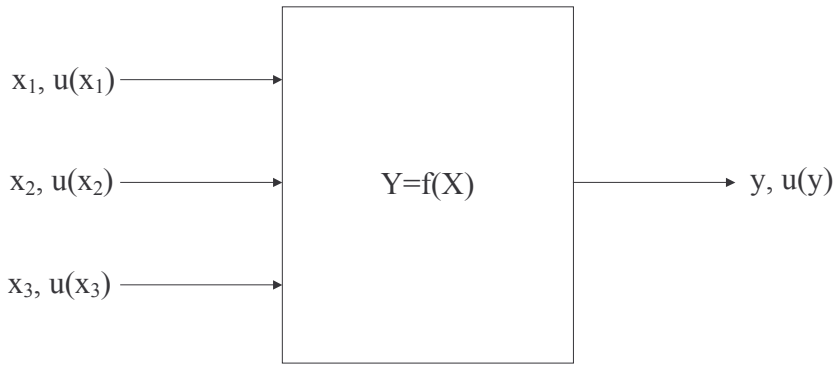


Figure III.4 - Propagation des incertitudes

Cependant, cette loi est fondée sur le développement en série de Taylor de la fonction η au premier ordre, en supposant que η est linéaire (Annexe 5).
Nous allons donc la comparer à la méthode de Monte-Carlo [COX,2001] qui est une méthode numérique plus générale qui ne nécessite pas ces conditions. Elle permet de reconstituer artificiellement un phénomène aléatoire en simulant un échantillon fictif de réalisations à partir d'hypothèses sur les variables aléatoires.

Il faut donc définir les densités de probabilité de chaque grandeur d'entrée (exemple : loi rectangulaire, triangulaire …) qui seront propagées pour obtenir la densité de probabilité de la variable de sortie (Figure III.5).

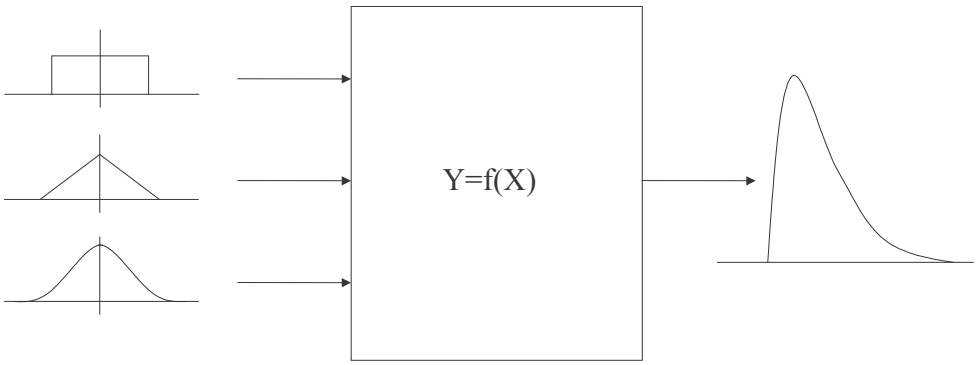


Figure III.5 - Propagation des distributions

Nous allons structurer la démarche pour estimer l'incertitude de mesure en quatre étapes. Les deux premières étapes seront communes à chaque méthode :

- Analyse du processus de mesure
  - Il faut tout d'abord définir le mesurande avec précision.
  - Ensuite, le processus de mesure doit être analysé. Cette étape permet de définir les principaux facteurs influents sur la connaissance du mesurande.
  - Enfin, on modélise le processus de mesure sous la forme d'une expression mathématique qui permet de traduire toutes les informations à notre disposition pour calculer le résultat de mesure.
- Calcul des incertitudes-types [GUM,1999]
  - Pour quantifier les incertitudes types associées à chacune des composantes de l'incertitude, deux méthodes d'évaluation peuvent être employées :
    - <u>Incertitude de type A</u> : Les composantes d'incertitude sont estimées en utilisant des résultats de mesures, des observations répétées.
    - <u>Incertitude de type B</u> : On utilise les lois de probabilité pour estimer la dispersion liée à une composante d'incertitude (Annexe 4).

Les deux dernières étapes du calcul sont décrites pour chaque méthode.

<u>Propagation des incertitudes</u> :

- Détermination de l'incertitude-type composée
  - La loi de propagation des incertitudes gère la contribution des variances de chaque grandeur d'entrée, leurs covariances, lorsqu'elles existent, au travers du modèle mathématique (fonction f) issu du processus de mesure. Son expression mathématique est développée en annexe 5 :

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^{N} \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^{N} \frac{\partial f}{\partial x_i} \frac{\partial f}{\partial x_j} u(x_i, x_j) \qquad (70)$$

avec :

$u_c^2(y)$: Variance composée de y

x_i : Grandeur d'entrée

$u(x_i)$: Incertitude type de x_i

$u(x_i, x_j)$: Covariance estimée associée à x_i et x_j

- Détermination de l'incertitude élargie [GUM,1999]
  - Exprimer le résultat et son incertitude.
    L'incertitude-type $u(y)$ est le résultat d'un mesurage exprimé sous la forme d'un écart-type .
    L'incertitude élargie U correspond à une grandeur définissant un intervalle, autour du résultat d'un mesurage, dont on puisse s'attendre à ce qu'il comprenne une fraction élevée de la distribution des valeurs qui pourraient être attribuées raisonnablement au mesurande .
    $U = ku(y)$, où k est le facteur d'élargissement.

Propagation des distributions :

- La simulation numérique de Monte-Carlo génère un échantillon de taille n à partir des densités de probabilité de chaque X_i, i=1..n. Cette opération est alors répétée un grand nombre de fois M et Y est calculé pour chaque échantillon.
  Note : Il est conseillé d'avoir une valeur de M d'au moins 10^6 pour approcher la distribution théorique à partir de la distribution empirique [GUM,2004].

Finalement, le résultat est donné avec un intervalle de confiance $I_{p_r}(Y) = [Y_{low}, Y_{high}]$ (p_r correspond à la probabilité).

3. Analyse du processus de mesure

Nous allons donc tout d'abord définir le mesurande. La grandeur soumise à mesurage est la viscosité dynamique mesurée suivant la procédure décrite dans le Chapitre II14 et dont l'expression est donnée dans le Chapitre I (Equation 54) :

$$\eta = \frac{d^2}{18U_\infty}(\rho_b - \rho)g\left[1 - \frac{3}{16}Re - \frac{d}{D}f\left(\frac{Re/4}{d/D}\right) + 2{,}09\left(\frac{d}{D}\right)^3 - 0{,}95\left(\frac{d}{D}\right)^5\right]$$

η : Viscosité dynamique du fluide (Pa.s)
D : Diamètre du tube (m)
U_∞ : Vitesse limite de la bille ($m.s^{-1}$)
d : Diamètre de la bille (m)
ρ_b : Densité de la bille ($kg.m^{-3}$)
ρ : Densité du fluide ($kg.m^{-3}$)
g : Accélération de la pesanteur ($m.s^{-2}$)
$Re = \frac{\rho U_\infty d}{\eta}$: Nombre de Reynolds
la fonction f est définie par Faxen [FAX,1922] :
f(0)=2,104 f(0,5)=1,76 f(1)=1,48 f(2)=1,04 f(5)=0,46

Les différents facteurs influents intervenant dans le processus de mesure de la viscosité dynamique sont récapitulés sur la Figure III.6.

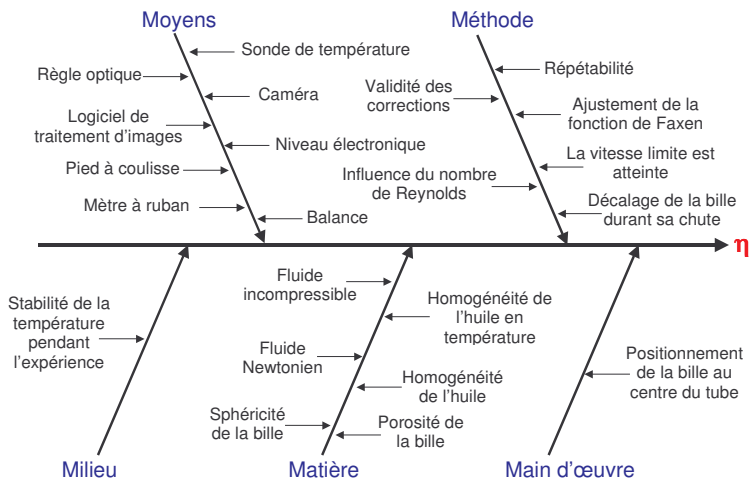


Figure III.6 - Analyse du processus de mesure de la viscosité dynamique

La température est un paramètre très important dans toute mesure de viscosité dynamique. En effet, la viscosité dynamique varie très rapidement avec la température.
Nous rajouterons donc le terme $\Delta\eta(T)\Delta T$ à la formule de viscosité donnée dans le Chapitre I (Equation 54) qui représente la variation de viscosité du liquide étudié en fonction de la température due à la variation de température pendant l'expérience. L'expression de la viscosité dynamique devient donc :

$$\eta = \frac{d^2}{18U_\infty}(\rho_b - \rho)g\left[1 - \frac{3}{16}Re - \frac{d}{D}f\left(\frac{Re/4}{d/D}\right) + 2{,}09\left(\frac{d}{D}\right)^3 - 0{,}95\left(\frac{d}{D}\right)^5\right] + \Delta\eta(T)\Delta T \qquad (71)$$

ΔT : Evolution de la température dans le tube (°C)
$\Delta\eta(T)$: Coefficient de température de l'huile (Pa.s.K^{-1})

La mesure de viscosité n'étant valable que lorsque le régime permanent est atteint (Chapitre I3.4), c'est à dire lorsque la vitesse limite de la bille est atteinte, nous effectuons un test par une méthode statistique pour déterminer le régime établi (Chapitre II13). L'enregistrement de la vitesse est divisé en plusieurs mesures à différentes hauteurs dans le tube. Ce test, décrit en annexe 3, permet alors de définir la mesure qui servira dans le calcul de la viscosité. Ce paramètre n'est pas pris en compte dans le calcul d'incertitude mais permet de valider le calcul de la vitesse limite.

Nous considèrerons que l'incertitude associée au coefficient de correction de Faxen [FAX,1922] est nulle. En revanche, nous calculerons l'incertitude sur l'ajustement de la fonction f que nous utilisons pour calculer le terme $f\left(\frac{Re/4}{d/D}\right)$.

Enfin, nous ne prendrons pas en compte de corrections dues à une rotation de la bille qui la décalerait de sa trajectoire. En effet nous n'avons pas observé de décalage significatif de sa trajectoire.

Le calcul d'incertitude est développé dans le cas d'une bille d'acier de 7 mm chutant dans une huile synthèse (huile D30, UNIVAR, Fontenay-sous-Bois, France) de viscosité 29.469 Pa.s, pour une

température de 21,680 °C. Nous allons donc calculer l'incertitude associée à chaque paramètre intervenant dans le calcul de la viscosité dynamique.

4. Calcul des composantes d'incertitude

Chaque composante d'incertitude étant elle-même issue d'un processus de mesure, on utilise la démarche en quatre étapes décrite en introduction pour calculer son incertitude-type.

4.1. Diamètre du tube (D)

D représente le diamètre du tube cylindrique rempli d'huile dans lequel chute la bille (Unité : m). Il est mesuré en utilisant un pied à coulisse étalonné par un service de métrologie suivant ce mode opératoire : on mesure n diamètres dont on prend la moyenne.
Le modèle mathématique obtenu à partir de l'analyse du processus de mesure (Branche "D" sur la Figure III.7) est donné par la relation suivante :

$$D = \overline{D} + C_j + C_T \qquad \text{avec} \qquad C_T = \overline{D}\varepsilon_T \delta T \tag{72}$$

$$\overline{D} = \frac{\sum_{i=1}^{n} D_i + C_q}{n}$$

$\overline{D}$: Répétabilité de la mesure
C_j : Correction de justesse
C_T : Correction de température
C_q : Correction due à la résolution de l'instrument
ε_T : Coefficient de dilatation thermique
δT est l'écart de température entre l'instrument de mesure et la température de référence de 20°C.

Chaque composante d'incertitude est décrite dans le Tableau III.1 en y associant son importance dans le calcul de l'incertitude-type de D.

Source d'incertitude	Type d'évaluation	Demi-étendue	Loi	Incertitude-type (u_i)	Coefficient de sensibilité (c_i)	Incertitude $c_i.u_i$	Poids (%)
Répétabilité de la mesure $(\overline{D})$	A	/	/	82,38123 µm	1,000023	82,38312	98,56
Correction de justesse : correction liée à l'étalonnage (C_j)	B	/	Normale	9,5 µm	1	9,5	1,31
Résolution de l'instrument (C_q)	B	5 µm	Rectangle	2,8867451 µm	1,000023	2,886817	0,12
Ecart de Température (δT)	B	1 °C	Rectangle	0,5773503 °C	1,145515	0,6613634	0,01

Tableau III.1 - Composantes d'incertitude de D

La valeur moyenne de D est : $\overline{D} = 99{,}61$ mm (Nombre de mesures de diamètres : n=10)
Le coefficient de dilatation thermique est de $11{,}5.10^{-6}$ °C^{-1}.

La température est de 21 °C.
En appliquant la loi de propagation des incertitudes au modèle mathématique, on obtient la variance de D :

$$u^2(D) = (1+\varepsilon_T \delta T)^2 u^2(\overline{D}) + (1+\varepsilon_T \delta T)^2 u^2(C_q) + u^2(C_j) + (\overline{D}\varepsilon_T)^2 u^2(\delta T) \quad (73)$$

Le diamètre D et son incertitude-type sont finalement :

$$D = 99{,}61 \text{ mm}$$

$$u(D) = 0{,}08298192 \text{ mm}$$

4.2. Vitesse de chute de la bille (U_∞)

On mesure la vitesse de chute de la bille à l'aide d'une caméra CCD linéaire dont le capteur est en position verticale. Plusieurs mesures sont effectuées à différentes hauteurs le long du tube. Pour chaque hauteur, la caméra reste fixe et on mesure la vitesse de la bille dans le champ de la caméra. Une fois la bille passée, la caméra est déplacée pour la mesure suivante.
Pour chaque mesure, on regarde le déplacement de la bille entre deux images consécutives. En connaissant la fréquence d'acquisition, on en déduit la vitesse ($U_{i\infty}$). On calcule ensuite une vitesse moyenne (U_∞) correspondant à la vitesse de passage de la bille devant la caméra.
Le calcul de la vitesse limite de chute de la bille s'effectue donc par la relation suivante (Chapitre II13) :

$$U_\infty = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} U_{i\infty} \quad \text{avec} \quad U_{i\infty} = \frac{B_i - B_{i-1}}{\Delta t} R \quad (74)$$

n : nombre de mesures.
R : Résolution de la caméra
Δt : Intervalle de temps entre deux images.
B_i et B_{i-1} représentent les positions des bords avant de la bille dans les positions i-1 et i.
Les mesures de vitesse se font tout d'abord à une fréquence d'acquisition de 100 Hz, ce qui nous permet d'avoir une mesure quasi-instantanée pour observer l'évolution de la vitesse de la bille. On calcule la vitesse moyenne et l'écart type. On effectue alors un test statistique entre les valeurs de vitesses obtenues pour déterminer la zone où la vitesse limite de chute de la bille est atteinte (Chapitre II13). Les résultats de cette zone sont repris pour une fréquence d'acquisition de 10 Hz afin de diminuer l'incertitude de mesure sur la vitesse.
La résolution de la caméra est donnée par l'équation suivante (Chapitre II12) :

$$R = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} R_i \qquad \text{avec} \qquad R_i = \frac{\Delta L + P\beta_i}{B_i - B_{i-1}} \quad (75)$$

β_i : Angle de lacet (µrad)
$P = h + \frac{D}{2}$: Distance entre l'axe de la platine de translation et le centre du tube (m)
h : Distance entre l'axe de la platine de translation et le bord du tube (m)
ΔL : Distance de déplacement de la platine de translation (m)
a_i : Position de la platine de translation (m)
Le processus de mesure de chaque variable intervenant dans le calcul de la vitesse limite de la bille est présenté sur la Figure III.7. Nous allons donc donner, dans les parties suivantes, le modèle mathématique associé au processus de mesure de chaque paramètre et calculer son incertitude-type.

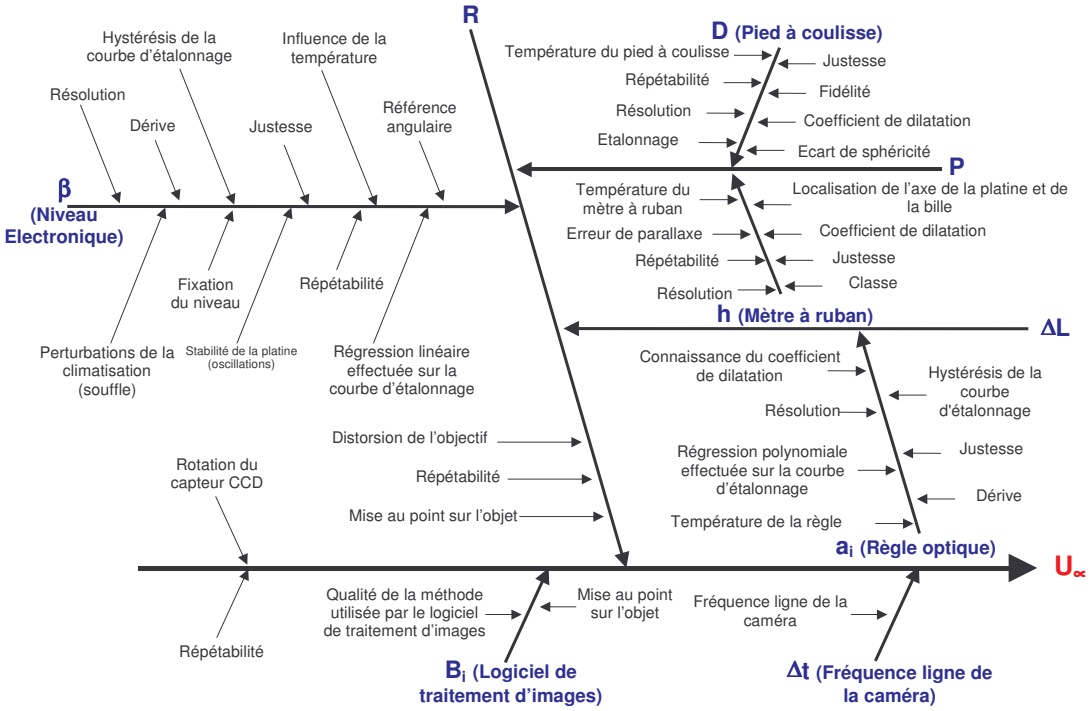


Figure III.7 - Analyse du processus de mesure de la vitesse de chute de la bille

4.2.1. Bord de la bille (B_i)

B_i représente la position du bord de l'objet (Unité : Pixel).

Processus de mesure : La position du bord est mesurée par traitement subpixel de l'image (Logiciel de traitement d'images).

Traitement des sources d'erreur :

- On utilise les données constructeur pour calculer l'incertitude-type de mesure.
- *La mise au point* est effectuée au début de la manip avec seulement quelques pixels sur la transition.

Source d'incertitude	Type d'évaluation	Demi-étendue	Loi	Incertitude-type (u_i)	Coefficient de sensibilité (c_i)	Incertitude $c_i.u_i$	Poids (%)
Traitement d'image (Donnée constructeur)	B	/	/	0,25 Pixel	1	0,25	100

Tableau III.2 - Composantes d'incertitude de B_i

$$B = 1017{,}31 \text{ pixel}$$

$$u(B_i) = 0{,}25 \text{ pixel}$$

4.2.2. Angle de lacet (β)

β représente l'angle de lacet de la platine de translation (Unité : rad)

Processus de mesure : L'angle de lacet est mesuré à l'aide d'un niveau électronique étalonné par un service de métrologie.

Traitement des sources d'erreur :

- *L'influence de la température* est négligeable autour de 20°C (Données constructeur).
- *Perturbation de la climatisation* : La climatisation est stoppée durant l'expérience.
- *Stabilité de la platine (oscillations)* : Un temps de pause est observé avant d'effectuer la mesure de l'angle.
- *Fixation du niveau* : On travaille avec des valeurs relatives donc la position initiale du niveau n'a pas d'influence.
- *Référence angulaire* : On fixe à 0 la valeur de l'angle au début de l'expérience.
- *Répétabilité* $(\overline{\beta})$: On se sert des données constructeur pour calculer la répétabilité de la mesure du niveau électronique.
- *Dérive* (C_d) : N'ayant pas de recul sur la dérive de l'instrument, nous prendrons en première approximation la valeur de l'incertitude d'étalonnage comme terme de dérive.
- *Régression linéaire* (C_l) : Le calcul d'incertitude est présenté en annexe 6.
- *Hystérésis* (C_h) : L'incertitude est obtenue en prenant la différence maximale entre les deux courbes d'étalonnage aller et retour.

Modèle mathématique :

$$\begin{aligned}\beta &= \overline{\beta} + C_j + C_q + C_l + C_h + C_d \\ &= \overline{\beta} + 2C_j + C_q + C_l + C_h\end{aligned} \tag{76}$$

Source d'incertitude	Type d'évaluation	Demi-étendue	Loi	Incertitude-type (u_i)	Coefficient de sensibilité (c_i)	Incertitude $c_i.u_i$	Poids (%)
Répétabilité de la mesure $(\overline{\beta})$	B	/	Normale	1,4586 µrad	1	$1,4586.10^{-6}$	18,67
Correction de justesse : correction liée à l'étalonnage (C_j)	B	/	Normale	1,499995 µrad	2	$2,999998.10^{-6}$	79,00
Résolution de l'instrument (C_q)	B	0,5 µrad	Rectangle	0,2886751 µrad	1	$0,2886751.10^{-6}$	0,73
Régression linéaire (C_l)	A	/	/	0,044161285 µrad	1	$0,044161285.10^{-6}$	0,02
Hystérésis (C_h)	B	0,735 µrad	Rectangle	0,4243524 µrad	1	$0,4243524.10^{-6}$	1,58

Tableau III.3 - Composantes d'incertitude de β

$$u^2(\beta) = u^2(\overline{\beta}) + 4u^2(C_j) + u^2(C_q) + u^2(C_l) + u^2(C_h) \tag{77}$$

$$\beta = 1{,}0747 \ \ \mu\text{rad}$$

$$u(\beta) = 3{,}375332939 \ \ \mu\text{rad}$$

4.2.3. Distance entre l'axe de la platine et le bord du tube (h)

h représente la distance entre l'axe de la platine de translation et le bord intérieur du tube (Unité : m).
Processus de mesure : La distance h est mesurée en prenant la moyenne de n mesures effectuées avec un mètre à ruban de classe II.
Modèle mathématique :

$$h = \overline{h} + C_j + C_T \qquad \text{avec} \qquad C_T = \overline{h}\varepsilon_T \delta T \tag{78}$$

Source d'incertitude	Type d'évaluation	Demi-étendue	Loi	Incertitude-type (u_i)	Coefficient de sensibilité (c_i)	Incertitude $c_i.u_i$	Poids (%)
Répétabilité de la mesure $(\overline{h})$	A	/	/	1 mm	1,000023	1,000023	80,21
Correction de justesse (C_j) Classe II	B	0,7 mm	Rectangle	0,4041452 mm	1	0,4041452	13,10
Résolution de l'instrument (C_q)	B	0,5 mm	Rectangle	0,2886751 mm	1,000023	0,2886817	6,68
Ecart de Température	B	1 °C	Rectangle	0,57773503 °C	0,00000161	0,00000093	0,00

Tableau III.4 - Composantes d'incertitude de h

La valeur moyenne de h est : $\overline{h} = 140$ mm (Calculée avec 10 valeurs).
La mesure est faite à une température de 21°C.
Le coefficient de dilatation thermique est de $11{,}5.10^{-6}$ K^{-1}.

$$u^2(h) = (1+\varepsilon_T\delta T)^2 u^2(\overline{h}) + (1+\varepsilon_T\delta T)^2 u^2(C_q) + (\overline{h}\varepsilon_T)^2 u^2(\delta T) + u^2(C_j) \tag{79}$$

On néglige le terme en $u(\delta T)u(\varepsilon_T)$ qui est très petit devant toutes les autres composantes d'incertitude.

$$h = 140 \text{ mm}$$
$$u(h) = 1{,}11656498 \text{ mm}$$

4.2.4. Distance entre l'axe de la platine et le centre du tube (P)

P représente la distance entre l'axe de la platine de translation et le centre du tube (Unité : m).
Processus de mesure : La distance P est obtenue en mesurant la distance h entre l'axe de la platine et le bord du tube, et le diamètre D du tube :

$$P = h + \frac{D}{2} \tag{80}$$

Source d'incertitude	Type d'évaluation	Demi-étendue	Loi	Incertitude-type (u_i)	Coefficient de sensibilité (c_i)	Incertitude $c_i.u_i$	Poids (%)
h	B	/	Normale	1,11656498 mm	1	1,116564981	99,86
D	B	/	Normale	$82{,}98182.10^{-3}$ mm	0,5	0,04149091	0,14

Tableau III.5 - Composantes d'incertitude de P

$$u^2(P) = u^2(h) + \frac{1}{4}u^2(D) \tag{81}$$

$$P = 189{,}805 \text{ mm}$$

$$u(P) = 1{,}117336 \text{ mm}$$

4.2.5. Position de la platine de translation (a_i)

a_i représente la position de la platine (Unité : m).

Processus de mesure : La règle optique de la platine de translation a été étalonnée par un service de métrologie.

Traitement des sources d'erreur :

- *Répétabilité* ($\bar{a}_i$) : Elle est évaluée sur le certificat d'étalonnage en réalisant 10 mesures.
- *Régression polynomiale de degré 2* (C_p) : Le calcul d'incertitude est présenté en annexe 7.
- *Hystérésis* (C_h) : L'incertitude est obtenue en prenant la différence maximale entre les deux courbes d'aller et retour.
- *Dérive* (C_d) : N'ayant pas de recul sur la dérive de l'instrument, nous prendrons en première approximation la valeur de l'incertitude d'étalonnage comme terme de dérive.

Modèle mathématique :

$$\begin{aligned} a_i &= \bar{a}_i + C_j + C_q + C_p + C_h + C_T + C_d \\ &= \bar{a}_i + 2C_j + C_q + C_p + C_h + C_T \end{aligned} \quad \text{avec} \quad C_T = \bar{a}_i \varepsilon_T \delta T \tag{82}$$

Source d'incertitude	Type d'évaluation	Demi-étendue	Loi	Incertitude-type (u_i)	Coefficient de sensibilité (c_i)	Incertitude $c_i.u_i$	Poids (%)
Répétabilité de la mesure $(\bar{a}_i)$	A	/	/	0,04 µm	$10,5.10^{-6}$	$4,2.10^{-13}$	0,00
Correction de justesse : correction liée à l'étalonnage (C_j)	B	/	Normale	0,1 µm	2	$0,2.10^{-6}$	59,08
Résolution de l'instrument (C_q)	B	0,05 µm	Rectangle	0,02886751 µm	1	$0,02886751.10^{-6}$	1,23
Régression polynomiale (C_p)	A	/	/	0,01016119 µm	1	$0,01016119.10^{-6}$	0,15
Hystérésis (C_h)	B	0,145 µm	Rectangle	0,08371579 µm	1	$0,08371579.10^{-6}$	10,35
Température de la règle optique durant les mesures	B	1 °C	Rectangle	0,5773503 °C	$0,2434873.10^{-6}$	$0,14057744.10^{-6}$	29,19

Tableau III.6 - Composantes d'incertitude de a_i

La température durant l'expérience est de 21°C.
Le coefficient de dilatation thermique de la règle optique est de $10,5.10^{-6}$ K^{-1}.

$$u^2(a_i) = (\varepsilon_T \delta T)^2 u^2(\bar{a}_i) + 4u^2(C_j) + u^2(C_q) + u^2(C_p) + u^2(C_h) + (\bar{a}_i \varepsilon_T)^2 u^2(\delta T) \quad (83)$$

$$a_i = 0,023189263 \text{ m}$$

$$u(a_i) = 0,2602056057.10^{-6} \text{ m}$$

4.2.6. Distance de déplacement de la platine (ΔL)

ΔL représente la distance de déplacement de la platine de translation (Unité : m)
Processus de mesure : Le déplacement est donné par la règle optique de la platine en calculant la distance entre deux positions consécutives.
Modèle mathématique :

$$\Delta L = a_{i+1} - a_i \quad (84)$$

On applique la loi de propagation des incertitudes en prenant en compte la corrélation provenant de l'existence d'une erreur de justesse commune à toutes les mesures de position de la platine.

$$\begin{aligned} u^2(\Delta L) &= u^2(a_{i+1}) + u^2(a_i) - 2u(a_i, a_{i+1}) \\ &= u^2(a_{i+1}) + u^2(a_i) - 2u^2(C_j) \end{aligned} \quad (85)$$

$$\Delta L = 0,000100073 \text{ m}$$

$$u(\Delta L) = 0,3399776999.10^{-6} \text{ m}$$

4.2.7. Résolution de la caméra (R_i)

R_i représente la résolution de la caméra. (Unité : µm/Pixel)

Processus de mesure : La résolution du capteur CCD est mesurée en faisant la mise au point sur la partie inférieure de la bille positionnée au centre du tube et prête à être lâchée. On déplace ensuite la caméra d'un pas constant et on observe le déplacement de l'extrémité de la bille.

Modèle mathématique :

$$R_i = \frac{\Delta L + P\beta_i}{B_i - B_{i-1}} \tag{86}$$

Source d'incertitude	Type d'évaluation	Demi-étendue	Loi	Incertitude-type (u_i)	Coefficient de sensibilité (c_i)	Incertitude $c_i.u_i$	Poids (%)
Répétabilité de la mesure $(\overline{R}_i)$	A	/	/	$1{,}478122927.10^{-9}$ m/pixel	1	$1{,}478122927.10^{-9}$	4,65
ΔL	B	/	Normale	$0{,}3399776999.10^{-6}$ m	0,08511209	$2{,}8936211.10^{-9}$	17,82
P	B	/	Normale	$1{,}117336.10^{-3}$ m	$9{,}14104.10^{-9}$	$3{,}0555374.10^{-10}$	0,20
β_i	B	/	Normale	$3{,}375332939.10^{-6}$ rad	0,00161547	$5{,}4527489.10^{-9}$	63,29
B_i	B	/	Normale	0,25 Pixel	$1{,}452852.10^{-8}$	$2{,}5682551.10^{-9}$	14,04

Tableau III.7 - Composantes d'incertitude de R_i

Le nombre de mesures de R_i pour le calcul de la répétabilité est de 39.

$$\begin{aligned} u^2(R_i) &= \left(\frac{1}{B_i - B_{i-1}}\right)^2 u^2(\Delta L) + \left(\frac{\beta_i}{B_i - B_{i-1}}\right)^2 u^2(P) + \left(\frac{P}{B_i - B_{i-1}}\right)^2 u^2(\beta_i) \\ &+ \left(-\frac{\Delta L + P\beta_i}{(B_i - B_{i-1})^2}\right)^2 u^2(B_i) + \left(\frac{\Delta L + P\beta_i}{(B_i - B_{i-1})^2}\right)^2 u^2(B_{i-1}) + u^2(\overline{R}_i) \\ &= \left(\frac{1}{B_i - B_{i-1}}\right)^2 u^2(\Delta L) + \left(\frac{\beta_i}{B_i - B_{i-1}}\right)^2 u^2(P) + \left(\frac{P}{B_i - B_{i-1}}\right)^2 u^2(\beta_i) \\ &+ 2\left(\frac{\Delta L + P\beta_i}{(B_i - B_{i-1})^2}\right)^2 u^2(B_i) + u^2(\overline{R}_i) \end{aligned} \tag{87}$$

avec $u^2(B_i) = u^2(B_{i-1})$

Le terme $u^2(\overline{R}_i)$ prend en compte la distorsion de l'objectif. Il est calculé en prenant en compte l'écart type sur les mesures obtenues le long du capteur.

$$R_i = 0{,}848.10^{-6}\,\text{m / Pixel}$$
$$u(R_i) = 6{,}85417.10^{-9}\,\text{m / Pixel}$$

4.2.8. Résolution moyenne de la caméra (R)

Modèle mathématique (Equation 75):

$$R = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} R_i$$

Source d'incertitude	Type d'évaluation	Demi-étendue	Loi	Incertitude-type (u_i)	Coefficient de sensibilité (c_i)	Incertitude $c_i.u_i$	Poids (%)
Répétabilité de la mesure $(\overline{R})$	A	/	/	$9{,}36494.10^{-10}$ m/Pixel	1	$9{,}36494.10^{-10}$	42,27
$\sum R_i$	B	/	Normale	/	/	$1{,}0944.10^{-9}$	57,73

Tableau III.8 - Composantes d'incertitude de R

La répétabilité de R est évaluée par 9 mesures.

$$u^2(R) = \left(\frac{1}{n}\right)^2 \sum_{i=1}^{n} u^2(R_i) + u^2(\overline{R}) \qquad (88)$$

On ne prend pas en compte la corrélation provenant de l'existence d'une erreur commune à toute les mesures de position de bord, car on a simplement pris les données constructeurs pour calculer l'incertitude-type de mesure sur la position du bord. On ne connaît donc pas l'erreur commune.

Le terme $u^2(\overline{R})$ correspond à la répétabilité de la méthode de mesure.

$$R = 0{,}8504.10^{-6}\,\text{m / Pixel}$$

$$u(R) = 1{,}44039.10^{-9}\,\text{m / Pixel}$$

4.2.9. Intervalle de temps entre deux images (Δt)

Δt représente l'intervalle de temps entre deux images (Unité : s).

On utilise les données constructeur pour évaluer l'incertitude-type de mesure.

$$\Delta t = 0{,}1 \ \text{s}$$

$$u(\Delta t) = 1.10^{-6}\,\text{s}$$

4.2.10. Vitesse instantanée de la bille ($U_{i\infty}$)

$U_{i\infty}$ représente la vitesse limite de chute de la bille (Unité : $m.s^{-1}$).

Processus de mesure : $U_{i\infty}$ est mesurée à l'aide d'une caméra linéaire dont le capteur CCD est en position verticale. La caméra est fixe et la mesure de la vitesse de la bille se fait en regardant le déplacement de la bille dans le champ de la caméra et en connaissant l'intervalle de temps entre deux lignes d'acquisition vidéo (Δt).

Traitement des sources d'erreur :

- *Répétabilité* : La répétabilité de la mesure de vitesse est évaluée en prenant l'écart type des mesures faite à 10 Hz pour une position de la caméra.
- *Rotation du capteur* : Dans le cas où la caméra reste fixe lors de la mesure de la vitesse, les angles de roulis et de lacet n'ont pas d'influence. L'angle de tangage n'a également pas d'influence car on considère les angles suffisamment petits pour que le déplacement réel soit égal au déplacement mesuré. (Chapitre II9.2).

Modèle mathématique : La valeur de $U_{i\infty}$ est obtenue par la relation suivante,

$$U_{i\infty} = \frac{B_i - B_{i-1}}{\Delta t} R \tag{89}$$

Source d'incertitude	Type d'évaluation	Demi-étendue	Loi	Incertitude-type (u_i)	Coefficient de sensibilité (c_i)	Incertitude $c_i.u_i$	Poids (%)
B_i	B	/	Normale	0,25 Pixel	$1,7008.10^{-5}$	$3,00662.10^{-6}$	10,20
R	B	/	Normale	$1,44039.10^{-9}$ m/Pixel	6192,52	$8,91964.10^{-6}$	89,80
Δt	B	/	Normale	1.10^{-6} s	0,05266125	$5,26612.10^{-8}$	0,00

Tableau III.9 - Composantes d'incertitude de $U_{i\infty}$

$$\begin{aligned} u^2(U_{i\infty}) &= \left(\frac{R}{\Delta t}\right)^2 u^2(B_i) + \left(-\frac{R}{\Delta t}\right)^2 u^2(B_{i-1}) + \left(\frac{B_i - B_{i-1}}{\Delta t}\right)^2 u^2(R) \\ &+ \left(\frac{-R(B_i - B_{i-1})}{\Delta t^2}\right)^2 u^2(\Delta t) \\ &= 2\left(\frac{R}{\Delta t}\right)^2 u^2(B_i) + \left(\frac{B_i - B_{i-1}}{\Delta t}\right)^2 u^2(R) + \left(\frac{-R(B_i - B_{i-1})}{\Delta t^2}\right)^2 u^2(\Delta t) \end{aligned} \tag{90}$$

$$U_{i\infty} = 5,266.10^{-3}\ m.s^{-1}$$
$$u(U_{i\infty}) = 9,41289.10^{-6}\ m.s^{-1}$$

4.2.11. Résultats

Source d'incertitude	Type d'évaluation	Demi-étendue	Loi	Incertitude-type (u_i)	Coefficient de sensibilité (c_i)	Incertitude $c_i.u_i$	Poids (%)
Répétabilité de la mesure $(\overline{U}_\infty)$	A	/	/	$3,58.10^{-6}$ m.s^{-1}	1	$3,58.10^{-6}$	46,44
$\sum U_{i\infty}$	B	/	Normale	/	/	$3,84206.10^{-6}$	53,56

Tableau III.10 - Composantes d'incertitude de U_∞

La répétabilité de U_∞ est évaluée à partir de 6 mesures.

$$u^2(U_\infty) = \left(\frac{1}{n}\right)^2 \sum_{i=1}^{n} u^2(U_{i\infty}) + u^2(\overline{U}_\infty) \tag{91}$$

Le terme $u^2(\overline{U}_\infty)$ correspond à la répétabilité de la méthode de mesure de vitesse.

$$U_\infty = 5,265\ \ mm.s^{-1}$$
$$u(U_\infty) = 0,0052499\ \ mm.s^{-1}$$

4.3. Diamètre de la bille (d)

d représente le diamètre de la bille (m) qui est étalonné par le laboratoire d'étalonnage en dimensionnel du LNE.

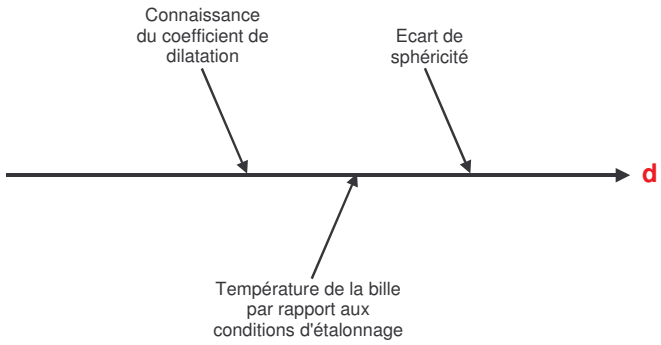


Figure III.8 - Analyse du processus de mesure du diamètre de la bille

Traitement des sources d'erreur :

- *Ecart de sphéricité* : l'étalonnage de la bille s'effectue en prenant 6 diamètres aléatoirement, dont on prend une moyenne.

Modèle mathématique :

$$d = \overline{d} + C_j + C_T \qquad \text{avec} \qquad C_T = \overline{d}\varepsilon_T \delta T \tag{92}$$

Source d'incertitude	Type d'évaluation	Demi-étendue	Loi	Incertitude-type (u_i)	Coefficient de sensibilité (c_i)	Incertitude $c_i.u_i$	Poids (%)
Correction de justesse : correction liée à l'étalonnage (C_j)	B	/	Normale	0,4 µm	1	0,0000004	98,67
Ecart de température	B	1 °C	Rectangle	0,5773503 °C	$8{,}05237.10^{-8}$	$4{,}64904.10^{-8}$	1,33

Tableau III.11 - Composantes d'incertitude de d

La température durant l'expérience est de 21,680°C.
Le coefficient de dilatation thermique de la règle optique est de $10{,}5.10^{-6}$ K^{-1}.

$$u^2(d) = u^2(C_j) + (\overline{d}\varepsilon_T)^2 u^2(\delta T) + (\overline{d}\delta T)^2 u^2(\varepsilon_T)$$

On néglige l'incertitude sur le coefficient de dilatation :

$$u^2(d) = u^2(C_j) + (\overline{d}\varepsilon_T)^2 u^2(\delta T) \tag{93}$$

$$d = 7{,}00206 \ \text{mm}$$

$$u(d) = 0{,}000402693 \ \text{mm}$$

4.4. Densité de la bille (ρ_b)

La densité de la bille est obtenue par la relation :

$$\rho_b = \frac{6m_b}{\pi d^3} \tag{94}$$

m_b : masse de la bille (kg)
d : diamètre de la bille (m)

4.4.1. Masse de la bille (m_b)

m_b représente la masse de la bille (Unité : kg) qui est étalonnée par le laboratoire d'étalonnage des masses du LNE.
La bille a été pesée sur une balance étalonnée avant et après l'expérience afin de mettre en évidence une éventuelle absorption du matériau. Aucune différence de masse n'a été observée.

$$m_b = 1{,}382848 \ \text{g}$$

$$u(m_b) = 6.10^{-6} \ \text{g}$$

4.4.2. Résultats

ρ_b représente la densité de la bille (Unité : $kg.m^{-3}$) (Equation 94)

L'erreur due à l'écart de température par rapport aux conditions d'étalonnage est pris en compte dans le calcul de l'incertitude-type du diamètre de la bille.

Source d'incertitude	Type d'évaluation	Demi-étendue	Loi	Incertitude-type (u_i)	Coefficient de sensibilité (c_i)	Incertitude $c_i.u_i$	Poids (%)
m_b	B	/	Normale	6 µg	5566011,748	0,03339607	0,06
d	B	/	Normale	0,402693 µm	-3297726,389	-1,31908865	99,94

Tableau III.12 - Composantes d'incertitude de ρ_b

$$u^2(\rho_b) = \left(\frac{6}{\pi d^3}\right)^2 u^2(m_b) + \left(-\frac{18m_b}{\pi d^4}\right)^2 u^2(d) \tag{95}$$

$$\rho_b = 7696{,}95 \ \text{kg.m}^{-3}$$

$$u(\rho_b) = 1{,}31951133 \ \text{kg.m}^{-3}$$

4.5. Densité de l'huile (ρ)

ρ représente la densité du fluide (Unité : $kg.m^{-3}$), elle est étalonnée par le laboratoire d'étalonnage des masses du LNE.

$$\rho = 888{,}55 \ \text{kg.m}^{-3}$$

$$u(\rho) = 0{,}9 \ \text{kg.m}^{-3}$$

4.6. Accélération de la pesanteur (g)

g représente l'accélération de la pesanteur (Unité : $m.s^{-2}$)
La valeur de g a été déterminée par le BRGM (Bureau de Recherches Géologiques et Minières) le 22/06/1983, au sous-sol du LNE, au niveau du laboratoire de viscosimétrie. L'incertitude tient compte des variations de marée.

$$g = 9{,}80927699 \quad m.s^{-2}$$
$$u(g) = 1.10^{-6}\, m.s^{-2}$$

4.7. Evolution de la température dans le tube (ΔT)

ΔT est calculé par la relation suivante : $\Delta T = T_2 - T_1$ (96)
T_1 et T_2 représentent la température de la sonde aux instants 1 et 2.

4.7.1. Température donnée par la sonde (T)

T représente la température donnée par la sonde placée dans l'huile (Unité : °C)
La sonde a été étalonnée par le laboratoire d'étalonnage en thermométrie du LNE.

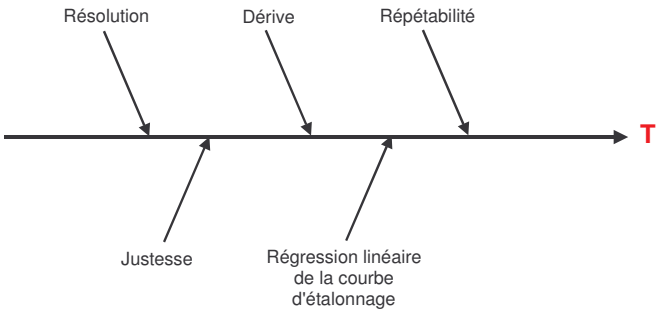


Figure III.9 - Analyse du processus de mesure de la température

Traitement des sources d'erreur :

- *Répétabilité* : La répétabilité est comprise dans la correction de justesse.
- *Régression linéaire* (C_l) : Le calcul d'incertitude sur la régression linéaire est présenté en annexe 6.
- *Dérive* (C_d) : Le terme de dérive de la chaîne de température est obtenu en prenant la différence des corrections obtenues sur deux certificats d'étalonnage consécutifs.

Modèle mathématique :

$$T = \overline{T} + C_j + C_q + C_l + C_d \quad (97)$$

Source d'incertitude	Type d'évaluation	Demi-étendue	Loi	Incertitude-type (u_i)	Coefficient de sensibilité (c_i)	Incertitude $c_i.u_i$	Poids (%)
Correction de justesse : correction liée à l'étalonnage (C_j)	B	/	Normale	4 mK	1	4	97,40
Résolution de l'instrument (C_q)	B	0,5 mK	Rectangle	0,2886751 mK	1	0,2886751	0,51
Régression linéaire (C_l)	A	/	/	0,102022 mK	1	0,102022	0,06
Dérive (C_d)	B	1 mK	Rectangle	0,5773503 mk	1	0,5773503	2,03

Tableau III.13 - Composantes d'incertitude de T

$$u^2(T) = u^2(C_j) + u^2(C_q) + u^2(C_l) + u^2(C_d) \tag{98}$$

$$T = 21{,}680°C$$

$$u(T) = 0{,}004053033°C$$

4.7.2. Résultats

ΔT représente l'évolution de la température dans le tube rempli d'huile durant l'expérience (Unité : °C). L'huile est mélangée avant l'expérience afin de l'homogénéiser et de stabiliser la température. La température de l'huile est mesurée à l'aide d'une sonde placée sur l'axe du tube à une immersion de 140 mm, ce qui correspond à l'endroit où la mesure de vitesse est effectuée. La valeur de la température prise pour le calcul de la viscosité est donc relevée juste avant le début de l'expérience. Ce terme permet donc de prendre en compte la variation de température de l'huile.

Cette évolution est calculée en regardant l'évolution de la température avant le lâché de la bille. Lorsque la température est stable, l'expérience peut débuter.

Modèle mathématique (Equation 97) :

$$\Delta T = T_2 - T_1$$

T_1 et T_2 correspondent aux températures de la sonde aux instants t_1 et t_2 tels que $t_2 - t_1 = 10\,\text{min}$.
La température dans le tube est stable au millikelvin près (Chapitre II10) : $\Delta T = 0$

$$u^2(\Delta T) = u^2(T_1) + u^2(T_2)$$

$$u(T_1) = u(T_2) = u(T) = 4{,}053033 \text{ mK} \tag{99}$$

$$\Delta T = 0 \text{ °C}$$

$$u(\Delta T) = 0{,}005731854 \text{ °C}$$

4.8. Coefficient de température de l'huile ($\Delta\eta(T)$)

$\Delta\eta(T)$ représente le coefficient de température de l'huile (Unité : $Pa.s.K^{-1}$)

Processus de mesure :

La mesure de la viscosité de l'huile étudiée est effectuée à différentes températures avec des viscosimètres capillaires. On ajuste une courbe en la faisant passer par les différents points en utilisant le modèle de Van Vogel :

$$\eta_f = A\exp\left(\frac{B}{T+C}\right) \tag{100}$$

où A, B et C sont des constantes et T la température en °C.
Le coefficient de sensibilité de l'huile est alors obtenu en prenant la pente de la courbe à la température étudiée :

$$\Delta\eta(T) = \frac{\partial\eta_f}{\partial T}$$

Modèle mathématique :

Modèle de Van Vogel (Equation 100) : $\eta_f = A\exp\left(\frac{B}{T+C}\right)$

$$\Delta\eta(T) = \frac{\partial\eta_f}{\partial T} = -\frac{AB}{(T+C)^2}\exp\left(\frac{B}{T+C}\right) = -\frac{B}{(T+C)^2}\eta_f \tag{101}$$

Source d'incertitude	Type d'évaluation	Demi-étendue	Loi	Incertitude-type (u_i)	Coefficient de sensibilité (c_i)	Incertitude $c_i.u_i$	Poids (%)
T	B	/	Normale	0,004053033 K	1,66541	0,0067499	99,99
η_f	B	/	Rectangle	$3{,}3969.10^{-6}$ Pa.s	0,0604	$2{,}054.10^{-7}$	0,01

Tableau III.14 - Composantes d'incertitude de $\Delta\eta(T)$

On suppose qu'il n'y a pas d'incertitude sur les constantes A,B et C.

$$\begin{aligned} u^2(\Delta\eta(T)) &= \left(\frac{\partial\Delta\eta(T)}{\partial T}\right)^2 u^2(T) + \left(\frac{\partial\Delta\eta(T)}{\partial\eta_f}\right)^2 u^2(\eta_f) \\ &= \left(\frac{\eta_f B}{(T+C)^3}\left(2+\frac{B}{T+C}\right)\right)^2 u^2(T) + \left(-\frac{B}{(T+C)^2}\right)^2 u^2(\eta_f) \end{aligned} \tag{102}$$

$u^2(\eta_f)$ correspond à l'incertitude sur l'ajustement de la courbe de viscosité en fonction de la température sur le modèle de Van Vogel. Ce terme est calculé en prenant le maximum des résidus (r_i) avec une loi rectangulaire (L'écart-type d'une loi rectangulaire est égal à l'étendue de mesure divisé par $\sqrt{12}$: Annexe 4) :

$$u^2(\eta_f) = \left(\frac{\mathrm{Max}(r_i)}{\sqrt{12}}\right)^2$$

$$\Delta\eta(T) = -1{,}783139476 \quad \text{Pa.s.K}^{-1}$$

$$u(\Delta\eta(T)) = 0{,}00675 \quad \text{Pa.s.K}^{-1}$$

4.9. Fonction f définie par Faxen [FAX,1922]

La fonction $f\left(\frac{Re/4}{d/D}\right)$ représente la fonction définie par Faxen intervenant dans le coefficient de correction permettant de prendre en compte l'influence des effets de bords et d'inertie.

Processus de mesure :
La fonction f est définie en 5 points :

f(0)=2,104 f(0,5)=1,760 f(1)=1,48 f(2)=1,0401 f(5)=0,46

Afin de calculer la valeur exacte de cette fonction dans chacune de nos expériences, nous avons ajusté sur ces points un polynôme de degré 4.

Le terme $u^2\left(f\left(\frac{Re/4}{d/D}\right)\right)$ sera calculé en prenant le maximum des résidus avec une loi rectangulaire :

$$u^2\left(f\left(\frac{Re/4}{d/D}\right)\right)=\left(\frac{Max(r_i)}{\sqrt{12}}\right)^2$$

Le polynôme permettant de calculer la fonction définie par Faxen est donné par :

$$f\left(\frac{Re/4}{d/D}\right)=2{,}104000092-0{,}767985642\left(\frac{Re/4}{d/D}\right)+0{,}177948788\left(\frac{Re/4}{d/D}\right)^2$$
$$-0{,}037948448\left(\frac{Re/4}{d/D}\right)^3+0{,}003985223\left(\frac{Re/4}{d/D}\right)^4$$

L'incertitude-type sur ce terme est alors :

$$u\left(f\left(\frac{Re/4}{d/D}\right)\right)=u(f)=6{,}40989.10^{-15}$$

5. Propagation des incertitudes

5.1. Détermination de l'incertitude-type composée de η

Rappel de l'expression de la viscosité dynamique :

$$\eta=\frac{d^2}{18U_\infty}(\rho_b-\rho)g\left[1-\frac{3}{16}Re-\frac{d}{D}f\left(\frac{Re/4}{d/D}\right)+2{,}09\left(\frac{d}{D}\right)^3-0{,}95\left(\frac{d}{D}\right)^5\right]+\Delta\eta(T)\Delta T$$

5.1.1. Loi de propagation des incertitudes à l'ordre 1

La loi de propagation des incertitudes gère la contribution des variances de chaque grandeur d'entrée, leurs covariances, lorsqu'elles existent, au travers du modèle mathématique issu du processus de mesure. Cette équation est fondée sur une approximation en série de Taylor du premier ordre (Equation 70).

$$u^2(\eta)_{ordre1}=\sum_{i=1}^{N}\left(\frac{\partial\eta}{\partial x_i}\right)^2u^2(x_i)+2\sum_{i=1}^{N-1}\sum_{j=i+1}^{N}\frac{\partial\eta}{\partial x_i}\frac{\partial\eta}{\partial x_j}u(x_i,x_j)$$

avec $x_1=d$, $x_2=D$, $x_3=g$, $x_4=\rho$, $x_5=\rho_b$, $x_6=U_\infty$, $x_7=\Delta\eta(T)$, $x_8=\Delta T$, $x_9=f\left(\frac{Re/4}{d/D}\right)=f$ et $x_{10}=\overline{\eta}$

et où $u^2(\eta)_{ordre1}$ est la variance composée de η en ne tenant compte que des termes d'ordre 1 dans le développement en série de Taylor.

$$\begin{aligned} u^2(\eta)_{ordre1} = & \left(\frac{\partial\eta}{\partial d}\right)^2 u^2(d) + \left(\frac{\partial\eta}{\partial D}\right)^2 u^2(D) + \left(\frac{\partial\eta}{\partial g}\right)^2 u^2(g) + \left(\frac{\partial\eta}{\partial \rho}\right)^2 u^2(\rho) \\ & + \left(\frac{\partial\eta}{\partial \rho_b}\right)^2 u^2(\rho_b) + \left(\frac{\partial\eta}{\partial U_\infty}\right)^2 u^2(U_\infty) + \left(\frac{\partial\eta}{\partial \Delta\eta(T)}\right)^2 u^2(\Delta\eta(T)) \\ & + \left(\frac{\partial\eta}{\partial \Delta T}\right)^2 u^2(\Delta T) + \left(\frac{\partial\eta}{\partial f}\right)^2 u^2(f) \\ & + 2\left(\frac{\partial\eta}{\partial d}\right)\left(\frac{\partial\eta}{\partial \rho_b}\right) u^2(C_{jd}) + u^2(\overline{\eta}) \end{aligned} \tag{103}$$

Le terme $u^2(\overline{\eta})$ correspond à la répétabilité de la mesure de viscosité.

Dans cette équation nous prenons en compte la corrélation provenant de l'existence d'une erreur de justesse commune à toutes les mesures de diamètre de la bille et de la densité de la bille :

$$2\left(\frac{\partial\eta}{\partial d}\right)\left(\frac{\partial\eta}{\partial \rho_b}\right) u^2(C_{jd}).$$

Pour chaque paramètre, on calcule sa contribution à la variance composée de η (Tableau III.15). Chaque contribution est représentée sous forme d'histogramme sur la Figure III.10.

Source d'incertitude	Valeurs	Type d'évaluation	Loi	Incertitude-type (u_i)	Coefficient de sensibilité (c_i)	Incertitude ($c_i.u_i$) (Pa.s)	Poids (%)
Diamètre de la bille (d)	7,00206 mm	B	Normale	0,402693 µm	$7{,}69914.10^3$	0,003080	0,92
Diamètre du tube (D)	99,61 mm	B	Normale	82,98192 µm	50,4793	0,004189	1,69
Accélération de la pesanteur (g)	9,81 $m.s^{-2}$	B	Normale	1.10^{-6} $m.s^{-2}$	3,00398	3.10^{-6}	0,00
Densité de l'huile (ρ)	888,55 $kg.m^{-3}$	B	Normale	0,9 $kg.m^{-3}$	-0,004328	-0,003896	1,47
Densité de la bille (ρ_b)	7696,95 $kg.m^{-3}$	B	Normale	1,32 $kg.m^{-3}$	0,004328	0,005713	3,15
Vitesse de la bille (U_∞)	5,265 $mm.s^{-1}$	B	Normale	0,0052499 $mm.s^{-1}$	-5597,17	-0,029105	81,81
Coefficient de température de l'huile $(\Delta\eta(T))$	-1,783$Pa.s.K^{-1}$	B	Normale	0,00675 $Pa.s.K^{-1}$	0	0	0,00
Evolution de la température (ΔT)	0 °C	B	Normale	0,005731854 K	-1,78314	-0,010221	10,09
Fonction f de Faxen $f\left(\frac{Re/4}{d/D}\right)$	2,101	B	Rectangle	$6{,}40989.10^{-15}$	-1,93988	$-1{,}24345.10^{-14}$	0,00
Répétabilité $(\overline{\eta})$	/	A	/	3.10^{-3} Pa.s	1	0,003	0,87

Tableau III.15 - Composantes d'incertitude de η (Huile D10)

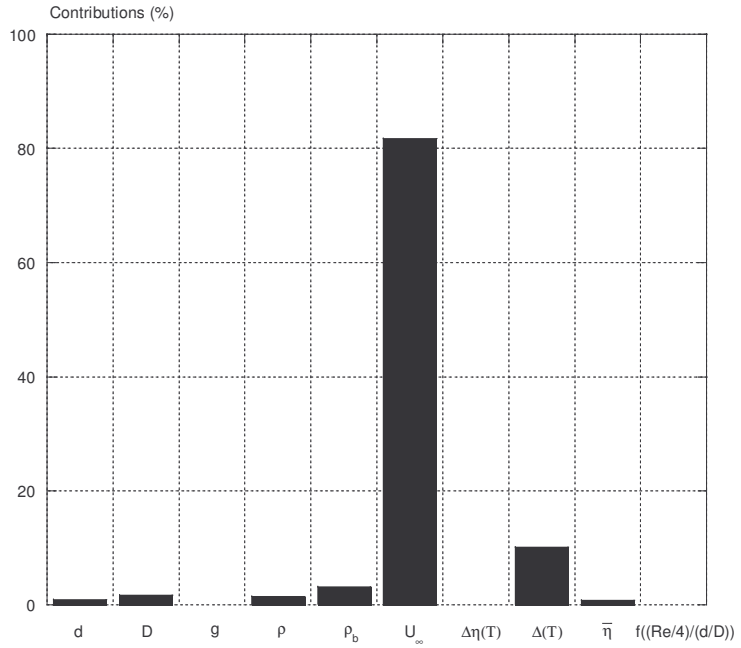


Figure III.10 - Contributions des paramètres (Huile D10)

On obtient alors :

$$\eta = 29{,}46905838 \quad \text{Pa.s}$$
$$u(\eta)_{ordre1} = 0{,}0321780718 \quad \text{Pa.s}$$
$$Re = 0{,}001$$
$$\text{à} \quad T = 21{,}680°C$$

5.1.2. Loi de propagation des incertitudes à l'ordre 2

Lorsque la non-linéarité de la fonction étudiée devient significative, il faut inclure les termes d'ordre plus élevés dans le développement de Taylor pour calculer l'expression $u^2(\eta)$:

$$\begin{aligned} u^2(\eta)_{ordre2} = & \left(\frac{\partial\eta}{\partial d}\right)^2 u^2(d) + \left(\frac{\partial\eta}{\partial D}\right)^2 u^2(D) + \left(\frac{\partial\eta}{\partial g}\right)^2 u^2(g) + \left(\frac{\partial\eta}{\partial\rho}\right)^2 u^2(\rho) \\ & + \left(\frac{\partial\eta}{\partial\rho_b}\right)^2 u^2(\rho_b) + \left(\frac{\partial\eta}{\partial U_\infty}\right)^2 u^2(U_\infty) + \left(\frac{\partial\eta}{\partial\Delta\eta(T)}\right)^2 u^2(\Delta\eta(T)) \\ & + \left(\frac{\partial\eta}{\partial\Delta T}\right)^2 u^2(\Delta T) + \left(\frac{\partial\eta}{\partial f}\right)^2 u^2(f) \\ & + 2\left(\frac{\partial\eta}{\partial d}\right)\left(\frac{\partial\eta}{\partial\rho_b}\right) u^2(C_{jd}) + u^2(\bar{\eta}) \\ & + \sum_{i=1}^{n}\sum_{j=1}^{n}\left[\frac{1}{2}\left(\frac{\partial^2\eta}{\partial x_i \partial x_j}\right)^2 + \frac{\partial\eta}{\partial x_i}\frac{\partial^3\eta}{\partial x_i \partial x_j^2}\right] u^2(x_i) u^2(x_j) \end{aligned} \tag{104}$$

avec $x_1 = d$, $x_2 = D$, $x_3 = g$, $x_4 = \rho$, $x_5 = \rho_b$, $x_6 = U_\infty$, $x_7 = \Delta\eta(T)$, $x_8 = \Delta T$, $x_9 = f\left(\frac{Re/4}{d/D}\right) = f$ et $x_{10} = \bar{\eta}$

$$\eta = 29{,}46905838 \text{ Pa.s}$$
$$u(\eta)_{ordre2} = 0{,}03217817151 \text{ Pa.s}$$
$$Re = 0{,}001$$
$$\text{à } T = 21{,}680°C$$

$$u(\eta)_{ordre2} - u(\eta)_{ordre1} = 1{,}2764.10^{-7} \text{ Pa.s}$$

On peut donc considérer que les termes d'ordre 2 sont négligeables, il est donc suffisant d'appliquer la loi de propagation des incertitudes au premier ordre.

5.2. Calcul de l'incertitude élargie

Enfin, il faut exprimer le résultat et son incertitude. L'incertitude-type $u(\eta)$ est le résultat d'un mesurage exprimé sous la forme d'un écart-type. L'incertitude élargie $U(\eta)$ correspond à une grandeur définissant un intervalle, autour du résultat d'un mesurage, dont on peut s'attendre à ce qu'il comprenne une fraction élevée de la distribution des valeurs qui pourraient être attribuées raisonnablement au mesurande :

$$U(\eta) = ku(\eta), \tag{105}$$

où k est le facteur d'élargissement..

Le facteur d'élargissement peut être déterminé en prenant une valeur provenant de la loi normale en supposant que le théorème central limite s'applique :

"Toute somme de variables aléatoires indépendantes, même de distributions différentes, est une variable asymptotiquement normale."

Hypothèses de validité : L'incertitude composée ne doit pas être dominée par une composante de Type A obtenue avec un faible nombre d'observations ou par une composante de Type B fondée sur une loi rectangulaire.

Si l'on veut obtenir la valeur k, il est possible de calculer le nombre effectif de degrés de liberté par la formule de Welch-Satterthwaite [GUM,1999] :

$$\nu_{eff} = \frac{u_c^4(y)}{\sum_{i=1}^{n} \frac{c_i^4 u_i^4(y)}{\nu_i}} \tag{106}$$

L'incertitude élargie est alors :

$$U(\eta) = t(\nu_{eff})u(\eta) \tag{107}$$

$t(\nu_{eff})$: fractile de la loi de Student pour ν_{eff} degrés de liberté.

Cependant, au delà de 10 degrés de liberté, ce qui sera notre cas compte tenu du nombre important de grandeurs d'entrées, la loi de Student tend vers une loi normale (Pour η, nous avons obtenu 37051 degrés de liberté).

On pourra donc prendre comme facteur d'élargissement k=2 pour avoir un niveau de confiance d'environ 95 % (Figure III.11).

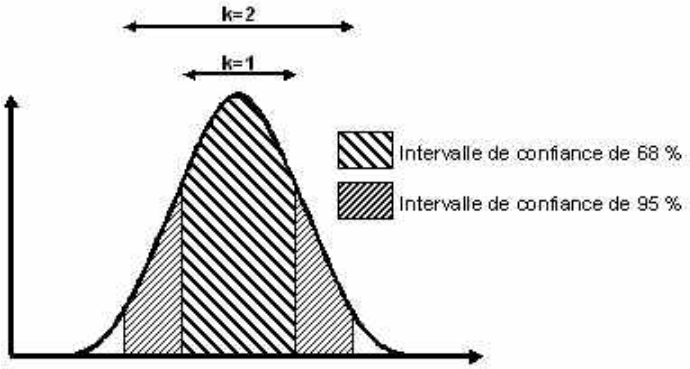


Figure III.11 - Intervalle de confiance pour une distribution normale

L'incertitude finale est exprimée avec 2 chiffres significatifs et le résultat est arrondi au dernier chiffre significatif de l'incertitude en utilisant la règle d'arrondissage de Gauss [GUM,1999] :

$$\eta = 29{,}469 \pm 0{,}065 \ \ \text{Pa.s} \ \ (k = 2)$$

$$\text{Re} = 0{,}001$$

$$\text{à} \ \ T = 21{,}680 \ \ °\text{C}$$

Finalement, nous obtenons une incertitude-type relative sur la mesure de la viscosité dynamique de $1{,}1.10^{-3}$, ce qui correspond tout à fait aux objectifs que nous nous sommes fixés.
Nous allons maintenant comparer ce résultat à celui obtenu par la méthode numérique de Monte-Carlo.

6. Propagation des distributions

La loi de propagation des incertitudes, permet comme son nom l'indique de propager les incertitudes-types des grandeurs d'entrée pour déterminer l'incertitude-type.
La méthode de Monte-Carlo est une méthode numérique plus générale. Elle permet de reconstituer artificiellement un phénomène aléatoire en simulant un échantillon fictif de réalisations à partir d'hypothèses sur les variables aléatoires.
Il faut donc définir les densités de probabilité de chaque grandeur d'entrée qui seront propagées pour obtenir la densité de probabilité de la variable de sortie.
A chaque simulation, la méthode de Monte-Carlo génère un échantillon de taille n à partir des densités de probabilité de chaque X_i, i=1..n. Cette opération est alors répétée un grand nombre de fois M et Y est calculé pour chaque échantillon.
Il est conseillé d'avoir une valeur de M d'au moins 10^6 pour approcher la distribution théorique à partir de la distribution empirique (Figure III.12) [GUM,2004].
Les densités de probabilité de chaque grandeur d'entrée sont définies dans le Tableau III.16.

Xi	Type de distribution	Moyenne	Incertitude-type
d	Normale	7,00206 mm	0,402693 µm
D	Normale	99,61 mm	82,98192 µm
g	Normale	9,81 $m.s^{-2}$	1.10^{-6} $m.s^{-2}$
ρ	Normale	888,55 $kg.m^{-3}$	0,9 $kg.m^{-3}$
ρ_b	Normale	7696,95 $kg.m^{-3}$	1,32 $kg.m^{-3}$
U_∞	Normale	5,265 $mm.s^{-1}$	0,0052499 $mm.s^{-1}$
Δη(T)	Normale	-1,783139 $Pa.s.K^{-1}$	0,00675 $Pa.s.K^{-1}$
ΔT	Normale	0 °C	0,005731854 K
$f\left(\frac{Re/4}{d/D}\right)$	Rectangulaire	2,101	$6,4099.10^{-15}$
$\overline{\eta}$	Normale	/	3.10^{-3} Pa.s

Tableau III.16 - Densités de probabilité des grandeurs d'entrée

Les écarts-types de chaque variable sont obtenus en prenant les incertitudes-types calculées dans le Chapitre III4.
Finalement, le résultat est donné avec un intervalle de confiance $I_{p_r}(\eta) = \lfloor \eta_{low}, \eta_{high} \rfloor$ correspondant à une probabilité p_r de 95 % (Figure III.12) :

$$\eta = 29{,}469 \quad \text{Pa.s}$$

$$u(\eta) = 0{,}032 \quad \text{Pa.s}$$

$$I_{95\%}(\eta) = \lfloor 29{,}405 \ , \ 29{,}533 \rfloor \ \text{Pa.s}$$

$$Re = 0{,}001$$

$$\text{à} \ \ T = 21{,}680 \ \ °C$$

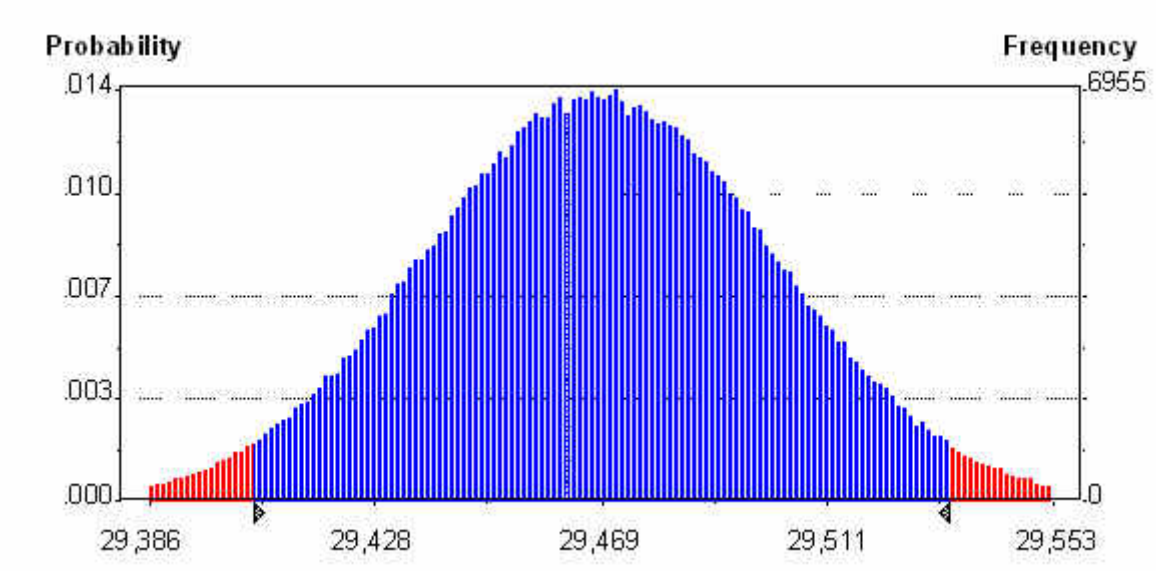


Figure III.12 - Densité de probabilité de η avec un intervalle de confiance de 95%

7. Résultats et discussion

La simulation numérique de Monte-Carlo est une méthode qui permet d'éviter le calcul des dérivées partielles, mais qui ne permet pas d'avoir la contribution de chaque variable contrairement à la loi de propagation des incertitudes. Ces deux méthodes sont donc complémentaires. La loi de propagation des incertitudes est fondée sur le développement en série de Taylor de la fonction η au premier ordre, en supposant que η est linéaire. Il est donc intéressant de comparer les résultats obtenus par propagation des incertitudes et par la simulation numérique de Monte-Carlo. Le Tableau III.17 présente les résultats obtenus par les deux méthodes de calcul d'incertitudes.

Monte Carlo (95 %) (Pa.s)	Propagation des variances (k=2) (Pa.s)
$u(\eta) = 0{,}0320780639$ $\eta_{low} = 29{,}4053657982$ $\eta_{high} = 29{,}5328244963$ $I = [29{,}4053657982 \;;\; 29{,}5328244963]$	$u(\eta) = 0{,}0321780718$ $U(\eta) = 0{,}06435614$ $I = [29{,}4047 \;;\; 29{,}53341]$

Tableau III.17 - Résultats obtenus par la loi de propagation des incertitudes et par la simulation numérique de Monte-Carlo

On constate que la différence entre les deux intervalles de confiance obtenus est très faible et que l'intervalle calculé par simulation numérique est inclus dans celui de la propagation des incertitudes. De plus, si l'on prend 2 chiffres significatifs, l'incertitude-type de mesure est la même dans les deux cas. Ces résultats sont donc tout à fait en accord l'un par rapport à l'autre.

Cependant, afin de suivre la démarche proposée par le supplément du GUM sur les méthodes numériques de propagation des distributions [GUM,2004], nous avons également appliqué le critère de comparaison décrit dans ce document. En effet, il y est conseillé d'appliquer la loi de propagations des incertitudes en y ajoutant des termes de plus haut degré si nécessaire, et de donner un intervalle de confiance de 95 % pour la variable de sortie. Ensuite, pour valider la loi de propagation des incertitudes, il faut appliquer la simulation numérique de Monte Carlo afin de fournir une incertitude-type et un intervalle de confiance de 95 %. Il faut alors déterminer si les intervalles de confiance obtenus par la Méthode de Monte Carlo et la loi de propagation des incertitudes sont en accord avec un degré d'approximation calculé de la manière suivante :

- On exprime l'incertitude type $u(\eta)$ sous la forme $a \times 10^r$ où a est un entier de 2 chiffres (correspondant au nombre de chiffres significatifs, ici 2) et r un entier relatif. La précision de la comparaison est alors :

$$\xi = \frac{1}{2} 10^r \tag{108}$$

- On détermine ensuite les quantités $\left|\eta - U(\eta) - \eta_{low}\right|$ et $\left|\eta + U(\eta) - \eta_{high}\right|$.

Si ces deux quantités ne sont pas plus grandes que ξ, la loi de propagation des incertitudes est validée.

Avec 2 chiffres significatifs pour $u(\eta)$, on a :

$\eta = 29{,}46905838$ Pa.s

$u(\eta) = 0{,}032$ Pa.s $= 32.10^{-3}$ Pa.s

donc $\xi = 0{,}5.10^{-3} = 0{,}0005$

$$\left|\eta - U(\eta) - \eta_{low}\right| = 0{,}00066579 > \xi$$
$$\left|\eta + U(\eta) - \eta_{high}\right| = 0{,}00058551 > \xi$$

Les résultats obtenus ne permettent pas d'obéir au critère décrit par le supplément du GUM. Ce critère est pertinent dans la plupart des cas mais ne semble pas être adapté pour de très faibles incertitudes de mesure. En effet, l'écart entre les deux méthodes ne permet pas de conclure que la loi de propagation des incertitudes n'est pas validée.

Finalement, les résultats obtenus avec le viscosimètre absolu à chute de bille sont comparés à la mesure faite avec un viscosimètre capillaire (Tableau III.18).

	Viscosimètre à chute de bille		Viscosimètre capillaire	
Température (°C)	Viscosité (Pa.s)	Incertitude (Pa.s) (k=2)	Viscosité (Pa.s)	Incertitude (Pa.s) (k=2)
21,680	29,469	0,065	29,492	0,212

Tableau III.18 - Comparaison entre les résultats obtenus en utilisant un viscosimètre capillaire et le viscosimètre à chute de bille

Les valeurs de viscosité obtenues par ces deux méthodes sont tout à fait en accord avec un écart de 0,08 %. Le viscosimètre à chute de bille nous permet donc pour de fortes viscosités de réduire significativement les incertitudes actuellement fournies par la viscosimétrie capillaire.

Ces résultats ont fait l'objet d'une publication soumise dans la revue Metrologia (Annexe 9).

Chapitre IV : Résultats

Ce chapitre présente les résultats obtenus avec le viscosimètre à chute de bille dont le développement à été décrit dans le Chapitre II. Des mesures ont été effectuées tout au long de la chute la bille, à différentes températures. Ensuite, nous avons comparé l'évolution de la vitesse de chute par rapport aux équations théoriques présentées dans le Chapitre I. De plus nous avons recalculé le coefficient de correction de la vitesse limite pour le comparer à celui de Faxen (Equation 47) que nous utilisons pour calculer la viscosité dynamique du fluide étudié. Enfin, nous avons effectué des mesures sur trois décades de l'échelle de viscosité, que nous avons comparées avec celles obtenues par viscosimétrie capillaire en y associant les incertitudes de mesure en suivant la même démarche que dans le Chapitre III. Nous avons passé trois années à développer et mettre au point ce banc expérimental afin d'atteindre les objectifs en termes d'incertitudes. L'essentiel des résultats est publié sous forme de trois articles parus dans les revues Review of Scientific Instruments et Metrologia, ainsi que dans les actes du 12ème Congrès International de Métrologie (Annexes 8, 9 et 10). Quelques résultats complémentaires sont présentés dans ce chapitre.

1. Expériences à différentes températures

Afin de présenter le développement complet du banc de mesure de viscosité et de le tester, de premières expériences ont été effectuées pour une huile, à différentes températures et publiées dans la revue Review of Scientific Instruments (Annexe 8) [BRI,2005]. Ces mesures nous ont permis d'obtenir l'évolution de la vitesse de chute de la bille le long du tube, avec pour des fréquences élevées (1000 Hz et 100 Hz), la possibilité d'effectuer des mesures en régime transitoire et par conséquent de suivre les variations de vitesse, et pour des fréquences plus faibles (10 Hz), la possibilité d'avoir d'excellentes incertitudes sur la mesure de vitesse limite de la bille. De plus ces résultats sont en parfait accord avec ceux obtenus par viscosimétrie capillaire. Ces mesures nous ont, par conséquent, permis de valider la conception du banc et de débuter sa caractérisation métrologique présentée dans le Chapitre III.

2. Mesure de transitoire

Pour comparer l'évolution de la vitesse de la bille à l'équation de BBO (Equation 31), nous avons observé son régime transitoire. Pour cela nous avons calculé numériquement et représenté graphiquement l'équation 31 (Figure IV.1). Nous avons considéré trois cas (Chapitre I3.3) :

- Le calcul avec l'équation complète
- Le cas en négligeant le terme d'histoire
- Le résultat en négligeant à la fois le terme d'histoire et le terme de masse ajoutée

Clift et al. [CLI,1978] ont montré que l'importance du terme de masse ajoutée et du terme d'histoire augmente si le rapport des densités et le nombre de Reynolds diminuent. Dans le cas des écoulements rampants, le terme d'histoire joue un rôle plus important que le terme de masse ajoutée.

Nous avons tracé nos points à partir des données expérimentales du Tableau IV.1.

U_∞	5,570 mm.s^{-1}
ρ	888,55 kg.m^{-3}
ρ_b	7696,95 kg.m^{-3}
η	27,855 Pa.s
Re	0,001
$f\left(\frac{Re/4}{d/D}\right)$	2,101
K_{pRe}	1,1726
T	21.411 °C

Tableau IV.1 - Données expérimentales

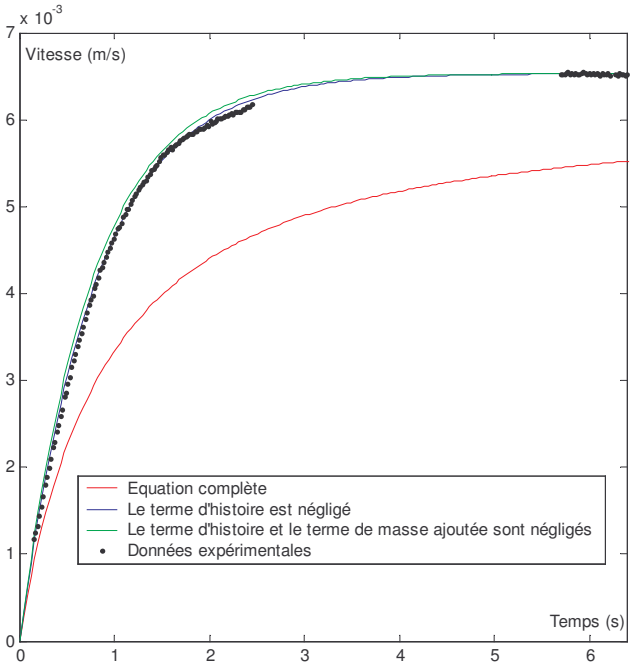


Figure IV.1 - Vitesse d'une bille en acier de 7mm de diamètre comparée à la simulation numérique

On constate que la courbe mesurée suit l'évolution du cas où l'on a négligé le terme d'histoire. Ce résultat est en accord avec ceux de Mordant [MOR,2001] pour lesquels les courbes mesurées se rapprochent du cas où l'on prend en compte tous les termes de l'équation pour de forts nombres de Reynolds (environ 2000), et du régime de Stokes pour des nombres de Reynolds plus faibles (environ 40). Il ne semble donc pas nécessaire de prendre en compte le terme d'histoire dans le cas ou le nombre de Reynolds est très faible (0,001).

3. Coefficient de correction de la vitesse de chute

Nous avons comparé le coefficient de paroi donné par Faxen (Equation 47), que nous utilisons pour calculer la viscosité dynamique (Equation 54), à nos données expérimentales. Pour cela, nous avons fait varier le rapport des diamètres d/D et mesuré la vitesse de chute de la bille (U_∞).
Le facteur de correction est donné par l'équation 46 :

$$K_{pRe}(d/D, Re) = \frac{U_{Stokes}}{U_\infty}$$
$$= \frac{d^2}{18U_\infty \eta}(\rho_b - \rho)g$$

La viscosité de l'huile est obtenue grâce aux données de la viscosimétrie capillaire en connaissant la température de chaque expérience.
Le viscosimètre à chute de bille, tel qu'il est conçu ne nous permet pas de faire varier le diamètre du tube D (Chapitre II7). Par conséquent, c'est le diamètre d de la bille qui change à chaque expérience.

Nous avons repris les mesures expérimentales faites avec l'huile D10 (Chapitre III5.1.1) et les mesures sur deux huiles présentées dans le Chapitre IV4 pour lesquelles nous connaissons chaque composante d'incertitude (l'huile 350 et l'huile D30).
Pour ces trois huiles, le diamètre des billes est différent ($0{,}02 < d/D < 0{,}1$), et le nombre de Reynolds varie entre 0,001 et 0,017. Les résultats sont présentés dans le Tableau IV.2 avec l'incertitude-type associée au coefficient calculé expérimentalement. Le coefficient de Faxen est calculé suivant la procédure décrite dans le Chapitre III4.9.

	d/D	Re	$K_{P\,Re}$ (Faxen)	$K_{P\,Re}$	$u(K_{P\,Re})$
Huile 350	0,02	0,017	1,0442	1,0484	0,0041
Huile D10	0,07	0,001	1,1726	1,1716	0,0044
Huile D30	0,1	0,001	1,2644	1,2626	0,0053

Tableau IV.2 - Coefficient de paroi expérimental comparé à celui de Faxen

Les deux coefficients de parois sont représentés graphiquement sur la Figure IV.2, avec les barres d'incertitude pour celui calculé expérimentalement.

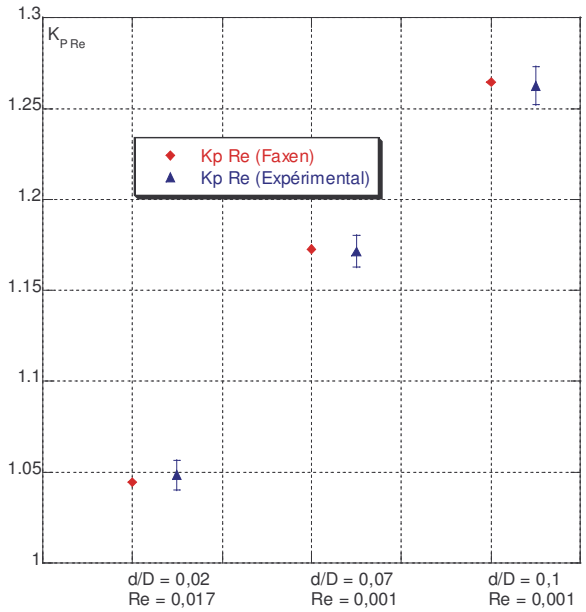


Figure IV.2 - Comparaison des coefficients de paroi

Pour ces trois valeurs de coefficient de correction de la vitesse de chute de la bille en fonction du rapport des diamètres et du nombre de Reynolds, on observe des écarts qui varient entre 0,1% et 0,4%. Les valeurs données par Faxen sont inclues dans les barres d'incertitude des mesures expérimentales. Ces résultats confirment l'utilisation du coefficient de correction de Faxen dans le calcul de la viscosité dynamique.

4. Mesures sur trois décades de l'échelle de viscosité

L'objectif des travaux effectués dans le cadre de cette thèse est de réduire les incertitudes de mesure obtenues par viscosimétrie capillaire. Nous allons donc comparer les résultats donnés par le viscosimètre à chute de bille. Pour cela, nous avons choisi quatre huiles minérales (Huile C, huile 350, huile D10 et l'huile D30), qui nous permettent de couvrir trois décades de l'échelle de viscosité (0.1 à 100 Pa.s). Ces résultats sont également présentés en annexe 10 pour être publiés dans les actes du 12ème Congrès International de Métrologie (Lyon 2005). Le calcul concernant l'huile D10 est présenté dans le Chapitre III, le calcul concernant les autres huiles est développé dans cette partie.

4.1. Huile C

La mesure de la viscosité dynamique de l'huile C (Shell, Rueil-Malmaison, France) à 21,042 °C se fait avec une bille en polyamide de 2 mm de diamètre. Chaque composante d'incertitude est récapitulée dans le Tableau IV.3.

Source d'incertitude	Valeurs	Type d'évaluation	Loi	Incertitude-type (u_i)	Coefficient de sensibilité (c_i)	Incertitude ($c_i.u_i$) (Pa.s)	Poids (%)
Diamètre de la bille (d)	1,9859 mm	B	Normale	1 µm	88,3	$8,83.10^{-5}$	0,08
Diamètre du tube (D)	99,61 mm	B	Normale	82,98192 µm	0,0253	$2,10.10^{-6}$	0,00
Accélération de la pesanteur (g)	9,81 $m.s^{-2}$	B	Normale	1.10^{-6} $m.s^{-2}$	0,00907	$9,07.10^{-9}$	0,00
Densité de l'huile (ρ)	830,8 $kg.m^{-3}$	B	Normale	0,9 $kg.m^{-3}$	-0,000382	$-3,44.10^{-4}$	1,24
Densité de la bille (ρ_b)	1063,52 $kg.m^{-3}$	B	Normale	1,625 $kg.m^{-3}$	0,000382	$6,21.10^{-4}$	4,05
Vitesse de la bille (U_∞)	5,366 $mm.s^{-1}$	B	Normale	0,009 $mm.s^{-1}$	-16,6	$-1,49.10^{-4}$	0,23
Coefficient de température de l'huile $(\Delta\eta(T))$	-0,00519866 $Pa.s.K^{-1}$	B	Normale	$3,71.10^{-6}$ $Pa.s.K^{-1}$	0	0	0,00
Evolution de la température (ΔT)	0 °C	B	Normale	0,005731854 K	-0.0052	$-2,98.10^{-5}$	0,01
Fonction f de Faxen $f\left(\frac{Re/4}{d/D}\right)$	1,361	B	Rectangle	$6,40989.10^{-15}$	0,00907	$-1,39.10^{-17}$	0,00
Répétabilité $(\overline{\eta})$	/	A	/	3.10^{-3} Pa.s	1	0,003	94,39

Tableau IV.3 -Composantes d'incertitude de η (Huile C)

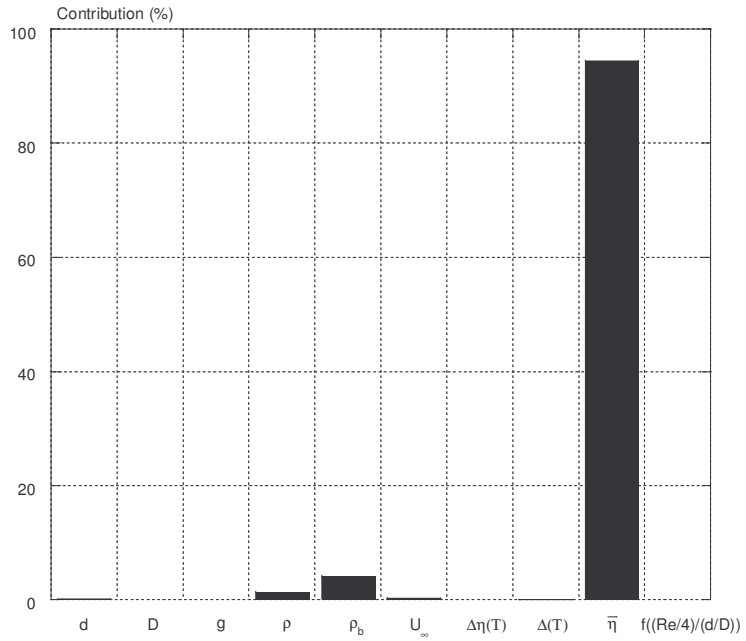


Figure IV.3 - Contribution des paramètres (Huile C)

La valeur de la viscosité dynamique de l'huile C obtenue avec le viscosimètre à chute de bille est donc,

$$\eta = 0{,}08894 \ \text{Pa.s}$$
$$u(\eta) = 0{,}00309 \ \text{Pa.s}$$
$$\text{Re} = 0{,}1$$
$$\text{à} \ T = 21{,}042 \ °\text{C}$$

Celle donnée par le viscosimètre capillaire est :

$$\eta = 0{,}09297 \ \text{Pa.s}$$
$$u(\eta) = 0{,}00028 \ \text{Pa.s}$$
$$\text{à} \ T = 21{,}042 \ °\text{C}$$

L'écart entre les deux mesures est de 4 %. Dans ce cas la viscosimétrie capillaire donne de biens meilleurs résultats que le viscosimètre à chute de bille avec une incertitude-type quasiment dix fois plus faible. De plus, le nombre de Reynolds, tout en étant inférieur à 1, est tout de même un peu élevé pour satisfaire l'hypothèse des écoulements rampants (Chapitre I). On peut le diminuer en réduisant le diamètre de la bille et sa densité. Par contre, le fait de le réduire ne permet pas d'abaisser les incertitudes de mesure.

4.2. Huile 350

La viscosité de l'huile 350 (Shell, Rueil-Malmaison, France) à 21,484 °C est obtenue en mesurant la vitesse de chute d'une bille en céramique de 2 mm de diamètre. Le Tableau IV.4 présente chaque composante d'incertitude.

Source d'incertitude	Valeurs	Type d'évaluation	Loi	Incertitude-type (u_i)	Coefficient de sensibilité (c_i)	Incertitude ($c_i.u_i$) (Pa.s)	Poids (%)
Diamètre de la bille (d)	1,9999 mm	B	Normale	0,4 µm	$8{,}05.10^{2}$	$3{,}22.10^{-4}$	1,06
Diamètre du tube (D)	99,61 mm	B	Normale	82,98192 µm	$3{,}37.10^{-1}$	$2{,}80.10^{-5}$	0,01
Accélération de la pesanteur (g)	9,81 $m.s^{-2}$	B	Normale	1.10^{-6} $m.s^{-2}$	$8{,}38.10^{-2}$	$8{,}38.10^{-8}$	0,00
Densité de l'huile (ρ)	885,6 $kg.m^{-3}$	B	Normale	0,9 $kg.m^{-3}$	$-2{,}67.10^{-4}$	$-2{,}40.10^{-4}$	0,59
Densité de la bille (ρ_b)	3968,00 $kg.m^{-3}$	B	Normale	2,56 $kg.m^{-3}$	$2{,}67.10^{-4}$	$6{,}83.10^{-4}$	4,76
Vitesse de la bille (U_∞)	7,828 $mm.s^{-1}$	B	Normale	$9{,}97.10^{-6}$ $m.s^{-1}$	$-1{,}05.10^{2}$	$-1{,}05.10^{-4}$	0,11
Coefficient de température de l'huile $(\Delta\eta(T))$	-0,07003196 $Pa.s.K^{-1}$	B	Normale	$1{,}22.10^{-4}$ $Pa.s.K^{-1}$	0	0	0,00
Evolution de la température (ΔT)	0 °C	B	Normale	0,005731854 K	$-7{,}00.10^{-2}$	$-4{,}01.10^{-4}$	1,64
Fonction f de Faxen $f\left(\frac{Re/4}{d/D}\right)$	1,950	B	Rectangle	$6{,}40989.10^{-15}$	$-1{,}73.10^{-2}$	$-1{,}11.10^{-16}$	0,00
Répétabilité $(\overline{\eta})$	/	A	/	3.10^{-3} Pa.s	1	0,003	91,83

Tableau IV.4 - Composantes d'incertitude de η (Huile 350)

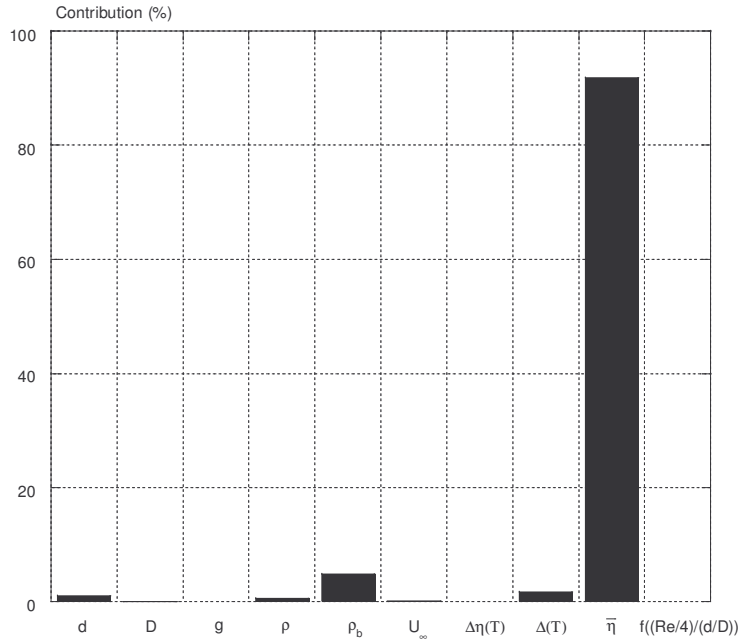


Figure IV.4 - Contribution des paramètres (Huile 350)

Le viscosimètre à chute de bille nous donne la valeur suivante :

$$\eta = 0{,}8220 \ \text{Pa.s}$$
$$u(\eta) = 0{,}0031 \ \text{Pa.s}$$
$$\text{Re} = 0{,}017$$
$$\text{à} \ T = 21{,}484 \ °\text{C}$$

alors que la viscosimètrie capillaire donne :

$$\eta = 0{,}8187 \ \text{Pa.s}$$
$$u(\eta) = 0{,}0029 \ \text{Pa.s}$$
$$\text{à} \ T = 21{,}484 \ °\text{C}$$

L'écart entre les deux mesures est de 0,4 %. Les mesures obtenues sont donc tout à fait en accord avec des barres d'incertitudes qui se recoupent. Pour des viscosités de l'ordre de 1 Pa.s, les incertitudes-types de mesure sont du même ordre de grandeur.

4.3. Huile D30

La viscosité dynamique de l'huile D30 (UNIVAR, Fontenay-sous-Bois, France) à 21, 493 °C est mesurée avec une bille de tungstène de 10 mm de diamètre. Le Tableau IV.5 présente chaque composante d'incertitude.

Source d'incertitude	Valeurs	Type d'évaluation	Loi	Incertitude-type (u_i)	Coefficient de sensibilité (c_i)	Incertitude ($c_i.u_i$) (Pa.s)	Poids (%)
Diamètre de la bille (d)	10,00066 mm	B	Normale	0,4 µm	$1{,}58.10^{4}$	$6{,}31.10^{-3}$	0,35
Diamètre du tube (D)	99,61 mm	B	Normale	82,98192 µm	$2{,}36.10^{2}$	$1{,}95.10^{-2}$	3,40
Accélération de la pesanteur (g)	9,81 $m.s^{-2}$	B	Normale	1.10^{-6} $m.s^{-2}$	9,23	$9{,}23.10^{-6}$	0,00
Densité de l'huile (ρ)	896,9 $kg.m^{-3}$	B	Normale	0,9 $kg.m^{-3}$	$-6{,}44.10^{-3}$	$-5{,}79.10^{-3}$	0,30
Densité de la bille (ρ_b)	14967,6 $kg.m^{-3}$	B	Normale	1,8 $kg.m^{-3}$	$6{,}44.10^{-3}$	$1{,}16.10^{-2}$	1,20
Vitesse de la bille (U_∞)	6,696 $mm.s^{-1}$	B	Normale	6.10^{-6} $m.s^{-1}$	$-1{,}35.10^{4}$	$-8{,}12.10^{-2}$	58,65
Coefficient de température de l'huile $(\Delta\eta(T))$	-11,0972216 $Pa.s.K^{-1}$	B	Normale	$2{,}31.10^{-2}$ $Pa.s.K^{-1}$	0	0	0,00
Evolution de la température (ΔT)	0 °C	B	Normale	0,005731854 K	$-1{,}11.10^{1}$	$-6{,}36.10^{-2}$	36,02
Fonction f de Faxen $f\left(\frac{Re/4}{d/D}\right)$	2,103	B	Rectangle	$6{,}40989.10^{-15}$	-9,98	$-6{,}39.10^{-14}$	0,00
Répétabilité $(\bar{\eta})$	/	A	/	3.10^{-3} Pa.s	1	0,003	0,08

Tableau IV.5 - Composantes d'incertitude de η (Huile D30)

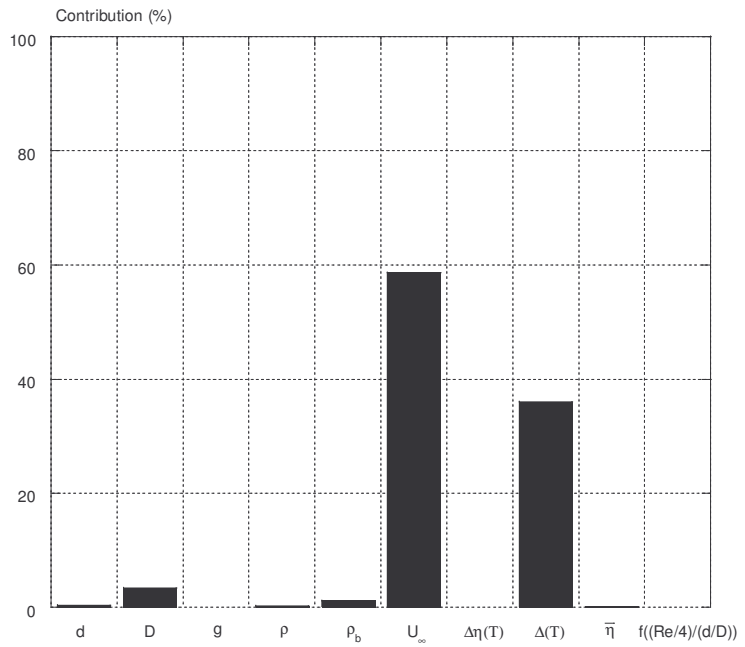


Figure IV.5 - Contribution des paramètres (Huile D30)

Pour l'huile D30, le viscosimètre à chute de bille donne la valeur de viscosité dynamique :

$$\eta = 90{,}58 \ \text{Pa.s}$$

$$u(\eta) = 0{,}11 \ \text{Pa.s}$$

$$\text{Re} = 0{,}001$$

$$\text{à} \ \ T = 21{,}492 \ \ °\text{C}$$

La viscosimétrie capillaire nous donne :

$$\eta = 90{,}72 \ \text{Pa.s}$$

$$u(\eta) = 0{,}37 \ \text{Pa.s}$$

$$\text{à} \ \ T = 21{,}492 \ \ °\text{C}$$

L'écart entre les deux mesures est de 0,15 %. Les résultats obtenus avec cette huile permettent de confirmer les résultats obtenus pour l'huile D10 (Chapitre III), avec une incertitude-type relative de $1{,}2.10^{-3}$, ce qui correspond aux objectifs que nous nous sommes fixés.

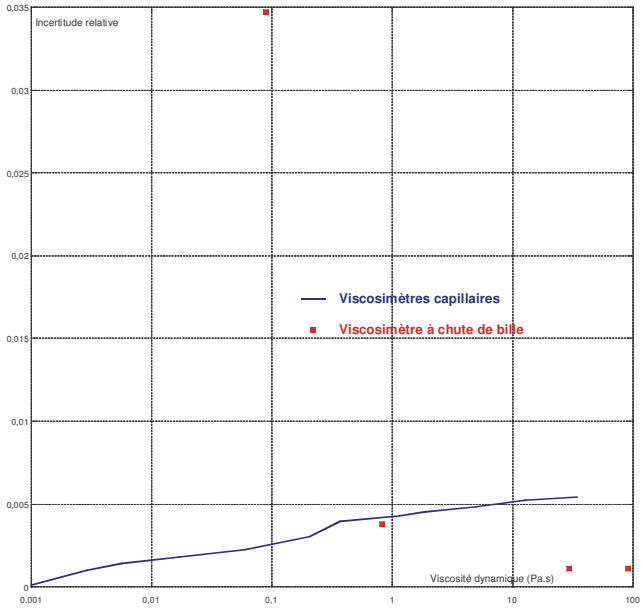
5. Conclusions

Les résultats obtenus montrent que le principe de mesure de viscosité répond parfaitement à nos attentes. En effet, lors d'une même expérience nous avons pu mettre en évidence, à la fois, l'accélération de la bille, et la zone où la vitesse limite est atteinte. Ces données ont été confrontées aux équations théoriques du mouvement de la bille. Enfin, les mesures effectuées sur trois décades de l'échelle de viscosité montrent que le viscosimètre à chute de bille permet d'atteindre les objectifs que nous nous sommes fixés pour des viscosités supérieures à 1 Pa.s.

Conclusions

Une grande partie de ce travail au cours de ces trois années a consisté à développer et mettre au point ce banc de mesure de viscosité. L'obtention des résultats a eu lieu pendant les derniers mois de la thèse.

Les mesures effectuées montrent que le viscosimètre à chute de bille permet de réduire significativement les incertitudes de mesure pour les fortes viscosités. En effet, pour des viscosités allant jusqu'à 1 Pa.s la viscosimétrie capillaire donne de meilleures incertitudes, ce qui constitue une limite pour le viscosimètre à chute de bille. Autour de 1 Pa.s, les deux méthodes sont à peu près équivalentes. Enfin, à partir de 10 Pa.s, l'incertitude relative du viscosimètre à chute de bille est de 10^{-3} :



Comparaison entre les incertitudes données par la viscosimétrie capillaire
et le viscosimètre à chute de bille

A partir de 1 Pa.s, le viscosimètre à chute de bille nous permet donc d'atteindre les objectifs que nous nous sommes fixés, c'est à dire une incertitude relative de l'ordre de 10^{-3}. Les incertitudes de mesure sont divisées par 5 environ par rapport à la viscosimétrie capillaire.

En ce qui concerne l'optimisation du banc expérimental, on constate que le paramètre prépondérant, pour les huiles les moins visqueuses (Huile C et huile 350), est le terme de reproductibilité de la méthode de mesure (Figure IV.3 et Figure IV.4).

Si l'on met de côté l'influence de la reproductibilité de la méthode, on constate que lorsque la viscosité diminue, l'influence des densités devient prépondérante et notamment celle de la bille. En effet, pour les fluides les moins visqueux, la densité de la bille est réduite. La valeur de la différence entre les densités tend à diminuer le coefficient de sensibilité des autres paramètres alors que celui des densités reste sensiblement le même (Il diminue d'un facteur 10 à cause du diamètre de la bille : 10 et 7 dans le cas des billes de tungstène et d'acier, 2 mm pour les billes de céramique et polyamide).
Si l'on regarde le coefficient de sensibilité de la vitesse (L'ordre de grandeur des vitesses de chute est le même pour les quatre huiles), son influence va donc diminuer avec la viscosité en suivant la diminution de la différence entre la densité de la bille et celle de l'huile.
Si on arrive à améliorer la reproductibilité de la méthode de mesure, l'incertitude de mesure pour les faibles viscosités (Exemple : Huile C) peut être améliorée en utilisant une bille dans un matériau de densité proche du polyamide mais qui pourrait être étalonné sans erreur d'écrasement afin de diminuer l'incertitude sur le diamètre. Pour l'huile 350, les incertitudes sur la masse et le diamètre de la bille correspondent déjà au meilleur niveau d'incertitude.
Lorsque la viscosité augmente, les termes prépondérants dans le calcul d'incertitude deviennent la vitesse limite de chute de la bille U_∞ et la température (Figure III.10 et Figure IV.5).
Si l'on remonte dans les paramètres intervenant dans le calcul de la vitesse, les variables à optimiser sont les termes de répétabilité de la vitesse et de la résolution ainsi que la correction de justesse liée à l'étalonnage dans le calcul de l'angle de lacet (β). Il est difficile d'améliorer les termes de répétabilité. En ce qui concerne la correction de justesse du niveau électronique, elle peut être améliorée par étalonnage, mais elle correspond déjà à un niveau très bas d'incertitude.
Le second paramètre prépondérant dans le calcul d'incertitude de la viscosité dynamique est l'évolution de la température dans le tube. La composante principale est la correction de justesse liée à l'étalonnage de la sonde de température qui correspond également à un niveau d'incertitude qui ne peut être que difficilement diminué.
Compte tenu de la faible importance des autres paramètres, il n'est pas nécessaire de tenter de réduire leurs incertitudes.

Le principe de mesure de viscosité dynamique par chute de bille présente le principal avantage d'être une méthode absolue qui ne dépend pas d'une valeur de viscosité de référence soumise à des incertitudes, comme pour la viscosimétrie capillaire, et qui permet s'assurer la traçabilité aux grandeurs de base du Système International.

Nous avons vu que la mesure de la viscosité dynamique d'un fluide Newtonien repose sur la mesure de la vitesse limite de chute d'une bille. Le banc développé nous permet d'accéder à cette donnée en effectuant plusieurs mesures le long du tube. On obtient donc plusieurs morceaux de l'évolution de la vitesse de chute. Toutefois, nous n'avons accès qu'à une partie du régime transitoire de la bille.

C'est pourquoi nous avons débuté le développement d'une seconde partie du banc qui doit nous permettre de mesurer le régime transitoire de la bille, de suivre la trajectoire de la bille en trois dimensions en plaçant une caméra dans un plan perpendiculaire à la première, d'observer une rotation de la bille sous l'influence de rugosités et d'avoir une seconde mesure de vitesse pour une même expérience. Cette seconde partie est composée, cette fois, d'une caméra matricielle qui nous permet d'observer la bille plein champ. La caméra linéaire nous permet d'avoir des résolutions et des fréquences d'acquisition très élevées, mais suivant une direction unique. Par contre, la caméra matricielle donne une image bidimensionnelle de l'objet observé mais pour des résolutions et des fréquences d'acquisition beaucoup moins importantes. La caméra linéaire va donc nous donner la possibilité d'effectuer des mesures de vitesses quasi instantanées (voir Chapitre II13) alors que la matricielle pourra, en observant la bille plein champ, mettre en évidence le comportement de la bille. Les deux caméras seront donc tout à fait complémentaires.

Le montage sera très similaire à celui présenté dans le Chapitre II, en utilisant le type d'objectif et la même source d'éclairage. La principale différence viendra de la platine de translation. En effet, cette platine à courant continu munie d'une vis à grand pas découplée, va nous permettre de

réduire les erreurs d'angles et donc de s'affranchir de l'utilisation de niveaux électroniques et de palpeurs. Enfin, il est envisagé d'asservir la caméra à la bille pour mesurer sa vitesse tout au long de sa chute.

Ce banc va donc nous permettre de participer à des intercomparaisons avec d'autres laboratoires nationaux ayant développé des viscosimètres absolus (Cannon, Etas-Unis ; PTB (Physikalisch Technische Bundesanstalt), Allemagne ; NPL (National Physical Laboratory), Royaume-Uni ; IMGC (Istituto di Metrologia "Gustavo Colonnetti), Italie ; NMIJ (National Metrology Institute of Japan), Japon …).

D'un point de vue pratique, il est difficile de faire des étalonnages avec le viscosimètre à chute de bille comme avec des viscosimètres capillaires. En effet, la chute de bille nécessite des échantillons d'huile très importants. En revanche, il peut permettre d'étalonner un nouveau liquide de référence pour les fortes viscosités. En utilisant la même méthode d'extrapolations successives pour construire la chaîne de viscosimètres [MEG,1996], ce liquide permettrait, en donnant une nouvelle référence, d'abaisser les incertitudes de mesures de l'échelle capillaire pour les fortes viscosités.

Nous avons étudié le viscosimètre à chute de bille dans le cas d'un fluide Newtonien, mais il peut également avoir des applications dans le cas de fluides non-Newtoniens. On mesure alors, à partir de la vitesse limite de chute, une viscosité "effective" ou "apparente" [POW,2001].
Le viscosimètre à chute de bille peut ainsi être utilisé pour calculer la valeur asymptotique de la viscosité pour de faibles taux de cisaillement ("Zero shear rate viscosity") [GOT,1979], ou pour calculer le temps caractéristique de fluides viscoélastiques [CHH,1993]. Ainsi, certains auteurs ont étudié le régime transitoire du mouvement de la sphère dans un fluide viscoélastique [ARI,1994]. En introduisant le nombre de Deborah (De), qui est un nombre adimensionnel correspondant au rapport entre le temps caractéristique du fluide et celui de l'écoulement, on constate alors que la vitesse de la bille passe par un maximum avant d'atteindre sa vitesse limite. L'amplitude de ce dépassement de la vitesse limite augmente avec De à cause des effets élastiques.
Le viscosimètre à chute de bille va nous permettre grâce aux faibles incertitudes de mesures de travailler sur des solutions de polymères ou des suspensions colloïdales par exemple, pour vérifier les lois de viscosité pour de faibles écarts de concentration entre les solutions.

Bibliographie

Bibliographie

[ARI,1994] M. T. Arigo and G.H. McKinley. The steady and transient motion of a sphere through a viscoelastic fluid. ASME FED. 194, 139-147 (1994).

[BAR,1959] E. Bart. M.S. thesis, New York University (1959).

[BAS,1888] A.B. Basset. A treatise of hydrodynamics. Deighton Bell, Cambridge (republished: Dover publications, New York, 1961). (1888).

[BEL,2001] J. Belmonte, J. Jacobsen and A. Jayaraman. Monotone solutions of a nonautonomous differential equation for a sedimenting sphere. Electronic Journal of Differential Equations. 62, 1-17 (2001).

[BLA,1999] G. Blahhusch, W. Eckstein, C. Steger and S. Lanser. Algorithms and evaluation of a high precision tool measurement system. International Conference on Quality Control by Artificial Vision. (1999).

[BOH,1960] X. Bohlin. On the drag on a rigid sphere moving in a viscous fluid inside a cylindrical tube. Trans Roy. Inst. Teck. 155, 1-63 (1960).

[BOT,1998] E.T.G. Bot, M.A. Hulsen and Van Den Brule. The motion of two spheres falling along their line of centres in a Boger Fluid. J. Non-Newtonian Fluid. Mech. 79, 191-212 (1998).

[BOU,1903] V. Boussinesq. Théorie analytique de la chaleur. Gauthier-Villars, Paris. 2 (1903).

[BRI,2005] M. Brizard, M. Megharfi, E. Mahe and C. Verdier. Design of a high precision falling-ball viscometer. Review of Scientific Instruments. 76, 025109 (2005).

[CHH,1993] R.P. Chhabra. Bubbles, Drops and Particles in Non-Newtonian Fluids. CRC Press, Boca Raton/Florida/USA (1993).

[CLI,1978] R. Clift, J.R. Grace and M.E. Weber. Bubbles, drops and particles. Academic Press, New York/London (1978).

[COL,1983] A.F. Collings and V. Bajenov. A high precision capillary viscometer and further relative results for the viscosity of water. Metrologia. 66, 61-66 (1983).

[COX,2001] M.G. Cox, M.P. Dainton and P.M. Harris. Software Support for Metrology Best Practice Guide No 6. Uncertainty and Statistical Modelling. NPL (2001).

[CRA,1952] F.F. Craig. Ph. D. Thesis, Univ. Pittsburgh (1951); see Univ. Pittsburgh Bull. 48 (1952).

[DAV,2001] J.M. David, S. Leleu, Diolez and T. Roux. Evaluation de la géométrie des machines : Présentation d'une méthode innovante. 10ème Congrès International de Métrologie. (2001).

[ECT,2002] Enceintes climatiques et thermostatiques, NF X 15-140 (2002).

[FAL,1962] J. Falmularo. D. Eng. Sci. Thesis, New York University (1962).

[FAX,1922] H. Faxen. Die Bewegung einer starren Kugel längs der Achse eines mit zäher Flüssigkeit gefüllten Rohres. Arkiv fur matematik, Astronomi och Fysic. 17, 1-28 (1922).

[FAY,1960] A.M. Fayon, J. Happel. Effect of a Cylindrical Boundary on a Fixed Rigid Sphere in a Moving Viscous Fluid. A. I. Ch. E. Jour. 6, 55 (1960).

[FLU,1982] C. Flude and J.E. Daborn. Viscosity measurement by means of falling spheres compared with capillary viscometry. J. Phys. E : Sci. Instrum. 15, 1313-1321 (1982).

[FRA,1933] A.W. Francis. Wall effect in falling ball method for viscosity. Physics. 4, 403 (1933).

[GOL,1929] S. Goldstein. The steady flow of viscous fluid past a fixed spherical obstacle at small Reynolds numbers. Proceeding of the Royal Society of London. Series A. 123 A, 225-235 (1929).

[GOT,1979] M. Gottlieb. Zero-shear-rate viscosity measurements for polymer solutions by falling ball viscometry. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics. 6, 97-109 (1979).

[GUM,1999] Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM), NF ENV 13005 (1999).

[GUM,2004] Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement Supplement 1. Numerical Methods for the Propagation of Distributions. Draft (2004).

[HAB,1958] W.L. Haberman and R.M Sayre. Motion of rigid and fluid spheres in stationary and moving liquids inside cylindrical tubes. David Taylor Model basin report. 1143 (1958).

[HAP,1983] J. Happel and H. Brenner. Low Reynolds number hydrodynamics. Nijhoff, Dordrecht. (1983).

[KAW,1963] M. Kawata, K. Kurase and K. Yoshida. Realisation of a viscosity standard. Proceeding of the 5th international congress on Rheology. 1, 453-472 (1963).

[KHA,1987] A.R. Khan and J.F. Richardson. The resistance to motion of a solid sphere in a fluid. Chem. Eng. Comm. 62, 135-150 (1987).

[KON,2000] R. Konrath and W. Schroder. Stereoscopic Particle-Image Velocimetry, A new approach using telecentric lenses. 10th Int'l Symposium on applications of laser techniques to fluid mechanics, Lisbon, 2000. http://in3.dem.ist.utl.pt/downloads/lxlaser2000/pdf/06_3.pdf

[LAH,2002] F. Lahajnar, R. Bernard, F. Pernus and S. Kovacic. Machine vision system for inspecting electric plates. Computer in Industry. 47, 113-122 (2002).

[LOM,2001] T. Lommatzsch, M. Megharfi, E. Mahe and E. Devin. Conceptual study of an absolute falling ball viscometer. Metrologia. 38, 531-534 (2001).

[LOR,1907] H.A. Lorentz. Abhand. Theor. Phys. 1, 23 (1907).

[MCC,1991] K. Mc Carthy. Accuracy in positioning systems. Reprinted from the motion Control Technology Conference Proceedings. (1991)

[MAX,1965] T. Maxworthy. Accurate measurements of sphere drag at low Reynolds numbers. J. Fluid. Mech. 23, 369-372 (1965).

[MEG,1996] M. Megharfi, E. Devin and J.F. Moro. La matérialisation de l'échelle de viscosité au BNM-LNE. Bulletin du bureau national de la métrologie. 106, 47-59 (1996).

[MOR,2000] N. Mordant and J.F. Pinton. Velocity measurement of a settling sphere. Eur. Phys. J. B. 18, 343-352 (2000).

[MOR,2001] N. Mordant. Thèse de Doctorat. Mesure lagrangienne en turbulence : mise en œuvre et analyse. Ecole Normale Supérieure de Lyon (2001).

[OCK,1972] J.R. Ockendon and G.A. Ewans. The drag on a sphere in low Reynolds number flow. Aero. Sci. 3, 327 (1972).

[OH,1995] M. Oh, Y. Tanaka and S. Fujino. The Development of viscosity measurement system based on the falling ball method using image processing. Keisoku Jido Seigyo Gakkai Rombunshu. 31, 399-401 (1995).

[OSE,1927] C.W. Oseen. Neuere Methoden und Ergebnisse in der Hydrodynamik. Akademische Verlagsgesellschaft. Leipzig. 10 (1927).

[PEG,1997] J. Pegna. Generalized Abbe principle: Position error propagation in machine elements. Journal of Mechanical Design. 119, 1-7 (1997).

[POW,2001] R.L. Powel, T.G. Morrison and W.J. Milliken. Apparent viscosity of suspensions of rods using falling ball rheometry. Physics of Fluids. 13, 588-593 (2001).

[PRO,1957] I. Proudman and J.R.A. Pearson. Expansion at small Reynolds numbers for the flow past a sphere and a circular cylinder. Journal of fluid mechanics. 2, 237-262 (1957).

[RUB,1961] S.I. Rubinow and J.B. Keller. The transverse force on a spinning sphere moving in a viscous fluid. J. Fluid. Mech. 11, 447-459 (1961).

[SEG,1962] G. Segré, J. Silberberg. Behaviour of macroscopic rigid spheres in Poiseuille flow. J. Fluid Mech. 14,115-136 (1962).

[SHA,1995] D. Shanks. Non-linear transformations of divergent and slowly convergent sequences. Journal of mathematical physics. 34, 1-42 (1995).

[SLO,1992] A.H. Slocum. Precision machine design: Macromachine design philosophy and its applicability to the design of micromachines. Micro Electro Mechanical Systems. 92, 37-42 (1992).

[STO,1851] G.C. Stokes. On the Theories of the Internal Friction of Fluids in Motion, and of the Equilibrium and Motion of Elastic Solids. Transactions of the Cambridge Philosophical Society. 9, 8-106 (1851).

[SUT,1973] J.L. Sutterby. Falling sphere viscometry. Wall and inertial corrections to Stokes' law in long tubes. Transactions of the Society of Rheology. 17, 559-573 (1973).

[SWI,1952] J.F. Swindells, J.R. Code and T.B. Godfrey. Absolute viscosity of water at 20 °C. Journal of Research of the National Bureau of Standard. 48, 1 (1952).

[TAN,1963] R.I. Tanner. End effects in falling-ball viscometry. J. Fluid Mech. 17, 161-170 (1963).

[TRA,1998] R. Tran-Son-Tay. Magnetically driven, acoustically tracked, translating-ball rheometer for small, opaque samples. Review Sci. Instrum. 59, 1399-1404 (1988).

[VIM,1994] Vocabulaire international des termes fondamentaux et généraux de métrologie (VIM), NF X 07-001 (1994).

[VIS,1998] Viscosité de l'eau. ISO/TR 3666 (1998).

[ZHA,1989] G.X. Zhang. A Study on the Abbe principle and Abbe error. Annals of the Cirp. 38, 525-528 (1989).

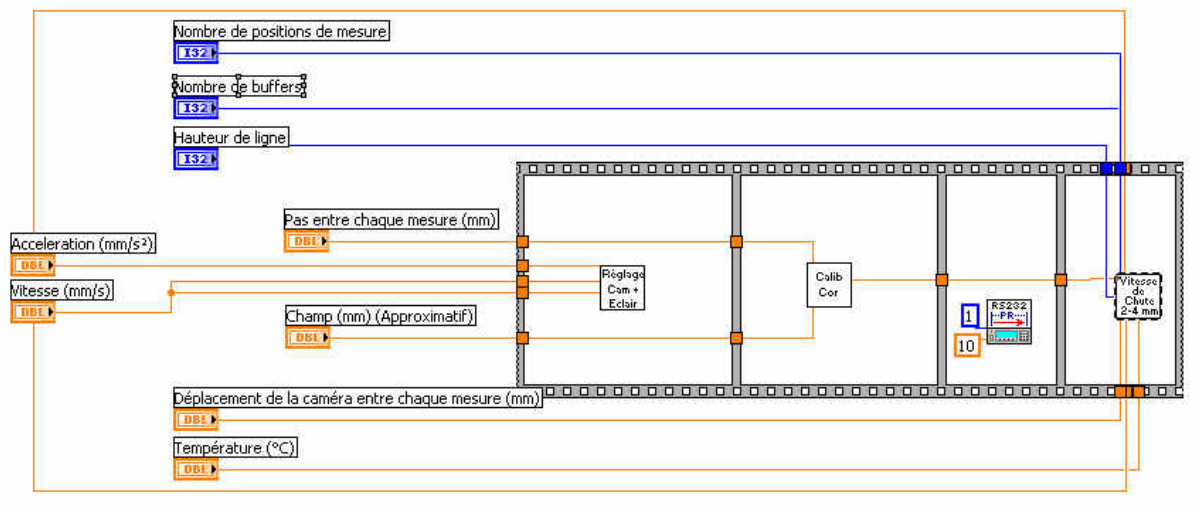
Annexes

Annexe 1 : Architecture du programme d'acquisition

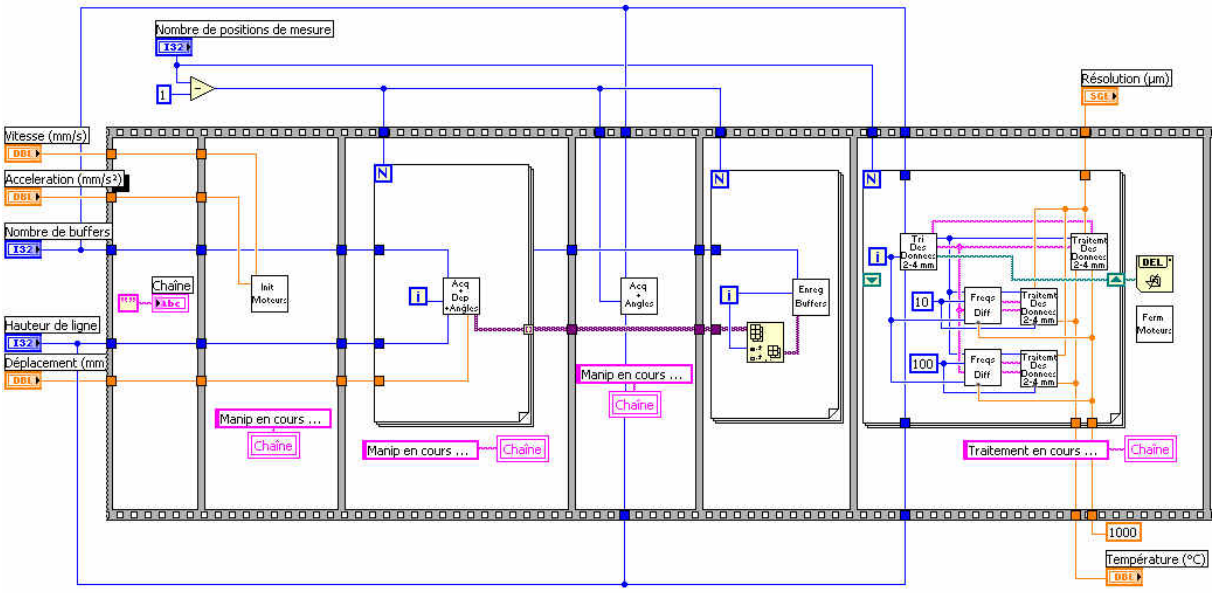
Les schémas suivant présentent l'architecture du programme Labview permettant de piloter les différents instruments qui composent le banc et de calculer la vitesse limite de chute de la bille.

Le programme principal : Il est décomposé en trois étapes

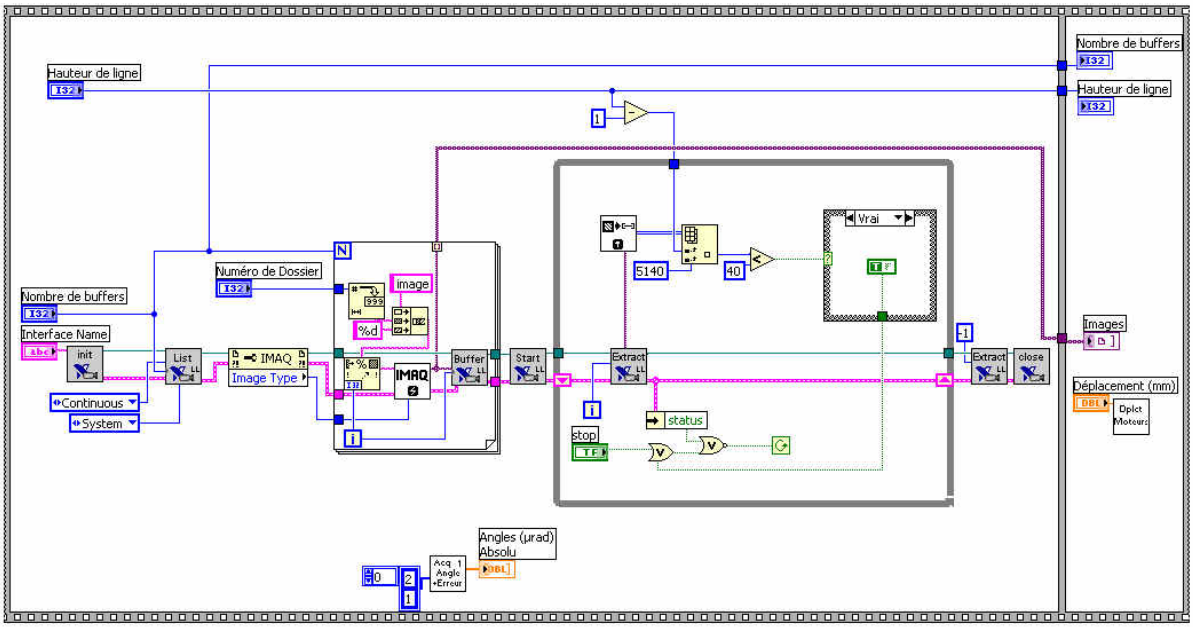
- Réglage de la caméra face à la bille et mise au point sur le bord avant de la bille
- Etalonnage de la caméra
- Acquisition des images et calcul de la vitesse limite



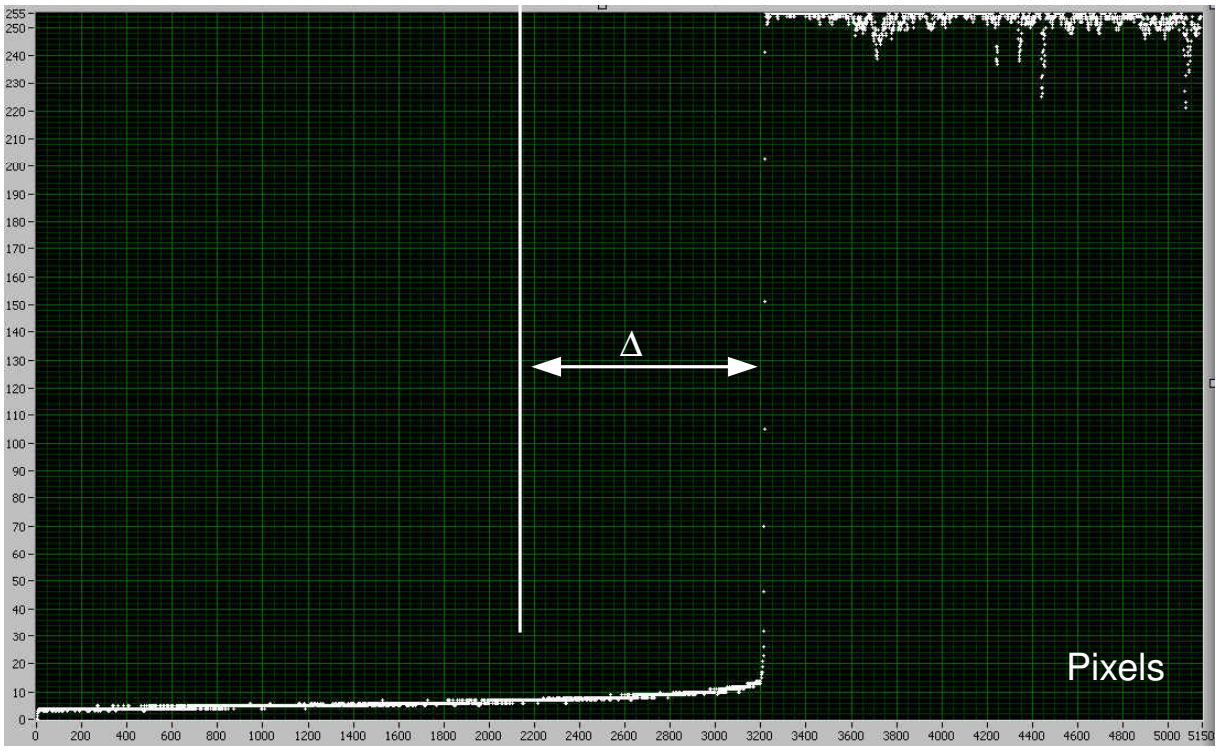
Le programme d'acquisition des images et de calcul de la vitesse : Il gère l'acquisition des images pendant la chute de la bille et calcule les valeurs de vitesse.



Programme d'acquisition des images : Il permet d'enregistrer, dans des buffers, les images des différentes positions de la bille. L'enregistrement débute lorsque la bille est détectée dans le champ de la caméra.



Annexe 2 : Deux positions successives du bord de la bille



Annexe 3: Détermination du régime établi par une méthode statistique [ECT,2002]

L'enregistrement de la vitesse est divisé en plusieurs mesures à différentes hauteurs dans le tube, indicées en i en partant de i=1.

Pour chaque mesure, la vitesse peut être caractérisée par sa moyenne m_i et sa variance σ_i^2.
Pour chaque hauteur de mesure, l'acquisition est effectuée à 100 Hz. On obtient alors entre 30 et 90 mesures de vitesses (N) suivant la vitesse de chute de la bille (entre 1 $mm.s^{-1}$ et 10 $mm.s^{-1}$ environ).
Ces mesures constituent un échantillonnage qui est utilisé pour estimer la moyenne m_i et la variance σ_i^2.

Notations utilisées :

m_i : moyenne « vraie » de la vitesse pour la hauteur de mesure i.

σ_i^2 : variance « vraie » de la vitesse pour la hauteur de mesure i.

$\overline{x}_i = \frac{1}{n}\sum_{k=1}^{N} x_{ik}$: estimateur de la moyenne m_i.

$s_i^2 = \frac{1}{n-1}\sum_{k=1}^{N}\left(x_{ik} - \overline{x}_i\right)^2$: estimateur sans biais de la variance σ_i^2.

$\sigma_{capteur}^2$: variance connue de la méthode de mesure de vitesse (dans des conditions de répétabilité) associée à une série de résultats de mesure.

Le test consiste à vérifier une succession d'hypothèses, pour un niveau de confiance de 95%, et pour chaque hauteur de mesure.

Test dans le cas d'un paramètre étudié moins stable que la chaîne de mesure utilisée.

C'est le cas général. Le test est composé :
-d'un test d'égalité des variances : Hypothèse A
-d'un test d'égalité des moyennes pour les hauteurs de mesures i et i+1 : Hypothèse B

Hypothèse A : les variances successives sont égales, $\sigma_{i+1}^2 = \sigma_i^2$

Soit $f_{0,975}$ la valeur de la loi de Fisher pour un risque de 5%.

- Si $\max\left(\frac{s_i^2}{s_{i+1}^2}, \frac{s_{i+1}^2}{s_i^2}\right) > f_{0,975}$, l'hypothèse A est rejetée => Le régime établi n'est pas atteint, le test doit être recommencé pour la hauteur de mesure suivante à partir de l'hypothèse A.
- Si $\max\left(\frac{s_i^2}{s_{i+1}^2}, \frac{s_{i+1}^2}{s_i^2}\right) \leq f_{0,975}$, l'hypothèse A est acceptée => L'hypothèse d'égalité des moyennes doit être vérifiée : Hypothèse B.

Dans notre cas, nous avons environ 80 mesures. Nous prendrons $f_{0,975}$ correspondant à 90 degrés de liberté : $f_{0,975} = 1,5525$

Hypothèse B : les moyennes successives sont égales $m_{i+1} = m_i$

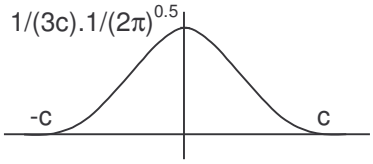
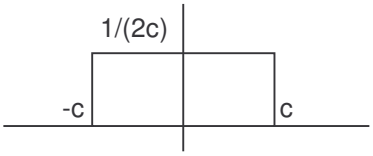
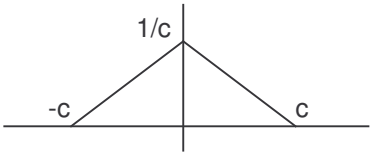
Soit $t_{0,975}$ la valeur de la loi de Student pour un risque de 5%.

- Si $|\overline{x}_i - \overline{x}_{i+1}| > t_{0,975}\sqrt{\frac{s_i^2 + s_{i+1}^2}{N}}$, l'hypothèse B est rejetée => Le régime établi n'est pas atteint, le test doit être recommencé pour la hauteur de mesure suivante à partir de l'hypothèse A.
- Si $|\overline{x}_i - \overline{x}_{i+1}| \leq t_{0,975}\sqrt{\frac{s_i^2 + s_{i+1}^2}{N}}$, l'hypothèse B est acceptée => Le régime permanent est atteint.

Nous prendrons $t_{0,975}$ correspondant à un nombre infini de degrés de liberté : $t_{0,975} = 1,96$

Annexe 4 : Lois de probabilité usuelles pour le calcul d'incertitude

Chacune des lois a une moyenne nulle et une étendue égale à 2c.

Lois		Variance	Ecart-type
Loi normale		$\frac{4c^2}{36}=\frac{c^2}{9}$	$\frac{2c}{6}=\frac{c}{3}$
Loi uniforme		$\frac{4c^2}{12}=\frac{c^2}{3}$	$\frac{2c}{\sqrt{12}}=\frac{c}{\sqrt{3}}$
Loi triangle isocèle		$\frac{4c^2}{24}=\frac{c^2}{6}$	$\frac{2c}{\sqrt{24}}=\frac{c}{\sqrt{6}}$

Annexe 5 : Loi de propagation des incertitudes

- **Définitions**

Variable aléatoire :

Variable pouvant prendre n'importe quelle valeur d'un ensemble déterminé de valeurs, et à laquelle est associée une loi de probabilités.

Espérance mathématique d'une variable x :

Pour une variable discrète, c'est la moyenne des valeurs de la variable pondérées par leurs probabilités

$$E(x) = \sum_i p_i x_i$$

Pour une variable continue :

$$E(x) = \int_{-\infty}^{+\infty} x.p(x)dx$$

Propriétés de l'espérance mathématique :

Si x et y sont deux variables aléatoires, alors :

$$E(x+y) = E(x) + E(y)$$

$$E(ax) = aE(x) \quad a \in R$$

Variance d'une variable x :

La variance d'une variable aléatoire V(x) est l'espérance mathématique du carré de l'écart à l'espérance mathématique :

$$V(x) = E\left[(x - E(x))^2\right] = E\left[(x-\mu)^2\right]$$

Développement en série (Formule de Taylor) :

Si f est une fonction de classe C^n dans un voisinage V du réel a (i.e. admettant des dérivées continues jusqu'à l'ordre n) et si $f^{(n)}$ est dérivable sur V (existence de la dérivée n+1 de f sur V) alors :

$$f(x) = f(a) + \sum_{p=1}^{n} f^{(p)}(a)\frac{(x-a)^p}{p!} + r_n(x)$$

où $r_n(x)$ est le reste.

- **Propagation des incertitudes**

On suppose que la grandeur $y = f(x_1,...,x_n)$ dépend de N grandeurs d'entrée $x = (x_1,...,x_N)$.
On pose $\mu_i = E(x_i)$.
On développe y en série de Taylor, au premier ordre et au voisinage des espérances mathématiques des x_i :

$$y = f(\mu_i) + \sum_{i=1}^{N} \frac{\partial f}{\partial x_i}(x_i - \mu_i)$$

avec $\mu = f(\mu_i)$,

$$y - \mu = \sum_{i=1}^{N} \frac{\partial f}{\partial x_i}(x_i - \mu_i)$$

le carré de $y - \mu$ est donné par :

$$(y-\mu)^2 = \left(\sum_{i=1}^{N} \frac{\partial f}{\partial x_i}(x_i - \mu_i) \right)^2$$

$$(y-\mu)^2 = \sum_{i=1}^{N} \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 (x_i - \mu_i)^2 + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^{N} \frac{\partial f}{\partial x_i} \frac{\partial f}{\partial x_j} (x_i - \mu_i)(x_j - \mu_j)$$

En prenant l'espérance mathématique de cette expression, avec :

$E\left[(y-\mu)^2\right] = \sigma_y^2$

$E\left[(x_i - \mu_i)^2\right] = \sigma_i^2$

on obtient :

$$E\left[(y-\mu)^2\right] = \sum_{i=1}^{N} \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 E\left[(x_i - \mu_i)^2\right] + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^{N} \frac{\partial f}{\partial x_i} \frac{\partial f}{\partial x_j} E\left[(x_i - \mu_i)(x_j - \mu_j)\right]$$

$E\left[(x_i - \mu_i)(x_j - \mu_j)\right]$ est la covariance de x_i et x_j.

$$\sigma_y^2 = \sum_{i=1}^{N} \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 \sigma_i^2 + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^{N} \frac{\partial f}{\partial x_i} \frac{\partial f}{\partial x_j} E\left[(x_i - \mu_i)(x_j - \mu_j)\right]$$

$$\sigma_y^2 = \sum_{i=1}^{N} \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 \sigma_i^2 + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^{N} \frac{\partial f}{\partial x_i} \frac{\partial f}{\partial x_j} \sigma_i \sigma_j r_{ij}$$

où r_{ij} est le coefficient de corrélation de x_i et x_j.

- **Formule du GUM [**GUM,1999**]**

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^{N} \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^{N} \frac{\partial f}{\partial x_i} \frac{\partial f}{\partial x_j} u(x_i, x_j)$$

avec :

$u_c^2(y)$: Variance composée de y

$u(x_i)$: Incertitude type de x_i

$u(x_i, x_j)$: Covariance estimée associée à x_i et x_j

Le coefficient de corrélation est estimé par :

$$r_{ij} = \frac{u(x_i, x_j)}{u(x_i)u(x_j)}$$

avec $-1 \leq r_{ij} \leq +1$

Annexe 6 : Calcul d'incertitude sur la régression linéaire

- **Hypothèses de calcul**

Le polynôme choisi est de la forme : $Y = \theta_0 + \theta_1 X$
où X et Y sont deux grandeurs physiques

On vérifie les hypothèses nécessaires à l'application de la méthode des moindres carrés ordinaires :

- L'incertitude sur les valeurs mesurées y_i de Y est la même quelle que soit la valeur mesurée. Elle est caractérisée par : $V(y_i) = \sigma^2$, □Íi
- Il n'y a pas d'incertitude sur l'axe des abscisses : $V(X) = 0$
- Les valeurs mesurées de Y sont indépendantes ce qui se traduit par : $\mathrm{cov}(y_i, y_j) = 0$, □Íi≠ j

- **Calcul des variances et des covariances des estimateurs**

$$V(\hat{\theta}_0) = \frac{\sigma^2}{D}\sum_{i=1}^{n} x_i^2$$

$$V(\hat{\theta}_1) = \frac{n\sigma^2}{D}$$

$$\mathrm{cov}(\hat{\theta}_0, \hat{\theta}_1) = -\frac{\sigma^2}{D}\sum_{i=1}^{n} x_i$$

avec $D = n\sum_{i=1}^{n} x_i^2 - \left(\sum_{i=1}^{n} x_i\right)^2$

σ^2 peut être estimé par : $\sigma^2 = \frac{1}{n-2}\sum_{i=1}^{n} r_i^2$ (n : nombre de points expérimentaux)

(2 : nombre de paramètres estimés)

r_i : Résidus

La variance sur l'ordonnée $Y = \theta_0 + \theta_1 X$ d'un point d'abscisse X est :

$$V(Y) = V(\hat{\theta}_0) + x^2 V(\hat{\theta}_1) + 2x\,\mathrm{cov}(\hat{\theta}_0, \hat{\theta}_1)$$

ce qui donne tous calculs faits :

$$V(Y) = \sigma^2\left[\frac{1}{n} + \frac{n}{D}(x - \bar{x})^2\right]$$

Annexe 7 : Calcul d'incertitude sur la régression polynomiale de degré 2

- **Hypothèses de calcul**

Le polynôme choisi est de la forme : $Y = \theta_0 + \theta_1 X + \theta_2 X^2$
où X et Y sont deux grandeurs physiques

On vérifie les hypothèses nécessaires à l'application de la méthode des moindres carrés :

- L'incertitude sur les valeurs mesurées y_i de Y est la même quelle que soit la valeur mesurée. Elle est caractérisée par : $V(y_i) = \sigma^2$, □Íi
- Il n'y a pas d'incertitude sur l'axe des abscisses : $V(x_i) = 0$
- Les valeurs mesurées de Y sont indépendantes ce qui se traduit par : $\mathrm{cov}(y_i, y_j) = 0$, □Íi≠ j

- **Ecriture matricielle**

Point N°1 : $y_1 = \hat{\theta}_o + \hat{\theta}_1 x_1 + \hat{\theta}_2 x_1^2$

•

•

Point N° n : $y_n = \hat{\theta}_o + \hat{\theta}_1 x_n + \hat{\theta}_2 x_n^2$

Remarque : $\hat{\theta}$ est l'estimateur de θ

On pose :

$$\underline{Y} = \begin{pmatrix} y_1 \\ \\ y_n \end{pmatrix} \qquad \underline{A} = \begin{pmatrix} 1 & x_1 & x_1^2 \\ \\ 1 & x_n & x_n^2 \end{pmatrix} \qquad \underline{\hat{\theta}} = \begin{pmatrix} \hat{\theta}_0 \\ \\ \hat{\theta}_n \end{pmatrix}$$

$\underline{A}$ est la matrice de conditionnement du système

$\underline{\hat{\theta}}$ est la matrice des estimateurs des coefficients du polynôme

le système s'écrit $\underline{Y} = \underline{A} \bullet \underline{\hat{\theta}}$

- **Calcul des variances et des covariances des estimateurs**

$$V(\hat{\theta}_0) = \sigma^2 \frac{\sum_{i=1}^{n} x_i^2 \sum_{i=1}^{n} x_i^4 - \sum_{i=1}^{n} (x_i^3)^2}{D^2} \qquad V(\hat{\theta}_1) = \sigma^2 \frac{n \sum_{i=1}^{n} x_i^4 - \left(\sum_{i=1}^{n} x_i^2\right)^2}{D^2}$$

$$V(\hat{\theta}_2) = \sigma^2 \frac{n \sum_{i=1}^{n} x_i^2 - \left(\sum_{i=1}^{n} x_i\right)^2}{D^2}$$

$$\operatorname{cov}\left(\hat{\theta}_0,\hat{\theta}_1\right)=\sigma^2\,\frac{\sum_{i=1}^{n}x_i^2\sum_{i=1}^{n}x_i^3-\sum_{i=1}^{n}x_i\sum_{i=1}^{n}x_i^4}{D^2}$$

$$\operatorname{cov}\left(\hat{\theta}_0,\hat{\theta}_2\right)=\sigma^2\,\frac{\sum_{i=1}^{n}x_i\sum_{i=1}^{n}x_i^3-\left(\sum_{i=1}^{n}x_i^2\right)^2}{D^2}$$

$$\operatorname{cov}\left(\hat{\theta}_1,\hat{\theta}_2\right)=\sigma^2\,\frac{\sum_{i=1}^{n}x_i\sum_{i=1}^{n}x_i^2-n\sum_{i=1}^{n}x_i^3}{D^2}$$

avec :

$$\sigma^2=\frac{1}{n-3}\sum_{i=1}^{n}r_i^2$$

$$D^2=n\sum_{i=1}^{n}x_i^2\sum_{i=1}^{n}x_i^4+2\sum_{i=1}^{n}x_i\sum_{i=1}^{n}x_i^2\sum_{i=1}^{n}x_i^3-\left(\sum_{i=1}^{n}x_i^2\right)^3-\left(\sum_{i=1}^{n}x_i\right)^2\sum_{i=1}^{n}x_i^4-n\left(\sum_{i=1}^{n}x_i^3\right)^2$$

r_i : Résidus

La variance sur l'ordonnée $Y=\theta_0+\theta_1X+\theta_2X^2$ d'un point d'abscisse X est :

$$V(Y)=V\left(\hat{\theta}_0\right)+x^2V\left(\hat{\theta}_1\right)+x^4V\left(\hat{\theta}_2\right)+2x\operatorname{cov}\left(\hat{\theta}_0,\hat{\theta}_1\right)+2x^2\operatorname{cov}\left(\hat{\theta}_0,\hat{\theta}_2\right)+2x^3\operatorname{cov}\left(\hat{\theta}_1,\hat{\theta}_2\right)$$

Annexe 8 : Design of a high precision falling-ball viscometer (Article accepté dans Review of Scientific Instruments)

HTML ABSTRACT + LINKS

REVIEW OF SCIENTIFIC INSTRUMENTS **76**, 025109 (2005)

Design of a high precision falling-ball viscometer

M. Brizard, M. Megharfi, and E. Mahé
Laboratoire National d'Essais (BNM-LNE), 1 Rue Gaston Boissier, 75015 Paris Cedex 15, France

C. Verdier
Laboratoire de Spectrométrie Physique (UMR5588, UJF-CNRS), 140 Avenue de la Physique BP 87, 38402 St Martin d'Hères Cedex, France

(Received 27 July 2004; accepted 3 December 2004; published online 20 January 2005)

The increase in uncertainty throughout the viscosity scale being the principal disadvantage of capillary viscometry, an absolute falling-ball viscometer has been developed, making it possible to cover a wide range of viscosities while keeping a weak uncertainty. The measurement of viscosity of a liquid then rests on the terminal velocity measurement of a falling ball, corrected by the principal identified effects (edge effects, inertial effects, etc.). An experimental bench was developed in order to reach a relative uncertainty of the order of 10^{-3} to the measure of viscosity. The bench, by the use of a linear camera, allows us to observe the trajectory and to obtain the variations in velocity of the ball inside a cylindrical tube filled with liquid whose viscosity is to be measured.
© *2005 American Institute of Physics.* [DOI: 10.1063/1.1851471]

I. INTRODUCTION

Nowadays, the measurement of the fluids' viscosity is important in many industrial processes such as forming of polymers, manufacturing of varnishes, cosmetics, certain food products and various suspensions. There are various measurement techniques like the capillary or rotary rheometry.

The viscosity laboratory of BNM-LNE provides reference oils, and calibrates capillary tube viscometers of all types to ensure the traceability of national standards. Materialization of the national range of viscosity is based on the kinematics viscosity of bi-distilled water at 20 °C (1.0034 $mm^2\,s^{-1}$). This value can be used to calibrate primary U-tube viscometers, which are used to calibrate the Ubbelhode type work viscometers.

The main disadvantage of capillary viscosimetry is the increase in uncertainty at each stage of the procedure.[1] This comparative method known as "step up" is based on the water's viscosity which itself is a value measured and subjected to uncertainties[2] but also disputed by a part of the scientific community. Thus, it is important to install an absolute viscometer, allowing on the one hand to cover a wide range of viscosity measurement while keeping a weak uncertainty, and on the other hand to ensure the traceability to base quantity of the International System.

We decided to develop a method based on the falling ball in a fluid because it is simple to implement and the only one which makes it possible to obtain a better uncertainty. Its operating principle is simple. A rigid solid sphere, with diameter d and density ρ_b, falls under the effect of gravity in the Newtonian liquid study, density ρ and viscosity coefficient η. For Newtonian fluids, the principle of measurement is based on relative balance between the forces of pressure, viscosity, and gravity.

The Stokes theory constitutes the theoretical base for the problem. It is valid with very small Reynolds numbers, in steady state and infinite medium.

The falling velocity of the ball is then inversely proportional to viscosity, and is given by the expression

$$\eta = \frac{d^2}{18U_\infty}(\rho_b - \rho)g, \tag{1}$$

where η, fluid dynamic viscosity (Pa s); d, ball diameter (m); U_∞, ball terminal velocity (m s^{-1}); ρ_b, ball density (kg m^{-3}); ρ, fluid density (kg m^{-3}); g, gravity acceleration (m s^{-2}). Nevertheless, this equation is valid only when the terminal velocity is reached, and for a falling sphere in an infinite medium without inertial effects.[3] It is why a certain number of corrections must be applied to the velocity U_∞. We can therefore distinguish the corrections due to the inertial effects, the edge effects, the end effects and finally to the rotation of the ball.[4]

This article describes the development stages of this viscometer. The bibliographical study highlights the various corrections, which must be applied so that the formula connecting viscosity to the falling ball velocity in a tube and the associated calculation of uncertainties are valid (Sec. II). Section III presents the experimental set-up, and finally, the results are presented in Sec. IV.

II. BIBLIOGRAPHICAL STUDY

The Stokes theory, which allows to express viscosity according to the terminal velocity of the falling ball applies only if the ball falls in an infinite medium, and to the borderline case where $\mathrm{Re} \to 0$ (creeping flows). It is thus necessary to consider the influence of the diameter of the tube as well as that of the Reynolds number. Indeed, the walls and the extremities of the cylinder tend to slow the ball down

Downloaded 24 Jan 2005 to 193.48.255.141. Redistribution subject to AIP license or copyright, see http://rsi.aip.org/rsi/copyright.jsp

while the inertial effects increase the falling velocity. Moreover, one rough ball can even revolve around itself and shift from the cylinder axis.

A. Inertia

A Reynolds number is defined based on the diameter of the ball:

$$\mathrm{Re} = \frac{\rho U_\infty d}{\eta}.$$

When the inertial effects are negligible, the dimensionless drag coefficient is written

$$C_D = \frac{24}{\mathrm{Re}} \text{ for } \mathrm{Re} \ll 1. \tag{2}$$

Oseen[5] extended the Stokes law by considering the fluid inertia

$$C_D = \frac{24}{\mathrm{Re}}\left(1 + \frac{3}{16}\mathrm{Re}\right). \tag{3}$$

This equation gives the value of the drag coefficient for $0 < \mathrm{Re} < 1$. This formula was improved by Proudman and Pearson,[6] then by Ockendon and Ewans[7] who respectively obtained terms of higher order

$$C_D = \frac{24}{\mathrm{Re}}\left(1 + \frac{3}{16}\mathrm{Re} + \frac{9}{160}\mathrm{Re}^2 \ln\frac{\mathrm{Re}}{2} + \frac{0.1879}{4}\mathrm{Re}^2 + \cdots\right). \tag{4}$$

Goldstein[8] carried out a theoretical analysis on the corrections of inertia in the absence of walls. The following coefficient was obtained:

$$C_D = \frac{24}{\mathrm{Re}}[1 + a_1\mathrm{Re} - a_2\mathrm{Re}^2 + a_3\mathrm{Re}^3 - a_4\mathrm{Re}^4 + a_5\mathrm{Re}^5 - \cdots] \tag{5}$$

with

$$a_1 = \frac{3}{16}, \quad a_2 = \frac{19}{1280}, \quad a_3 = \frac{71}{20480},$$

$$a_4 = \frac{30179}{3440640}, \quad a_5 = \frac{122519}{560742400}.$$

These works were verified by those of Shanks,[9] who obtained a slightly different fifth order term,

$$a_5 = \frac{122519}{550502400}.$$

Maxworthy[10] carried out an experimental study of the inertial effects for $0 < \mathrm{Re} < 11$.

Other solutions are available in the literature, abstracted by Clift[3] or Khan and Richardson.[11]

B. Edge effects

The analytical solution for a sphere of diameter d in translation with a constant velocity U_{Stokes} was developed by Stokes[12] within the limit of $\mathrm{Re} \ll 1$ and in an infinite medium. In a finite field of diameter D (cylindrical tube of diameter D filled with fluid), the effects caused by the rigid walls involve an increase in the viscous dissipation which decreases the sphere's velocity.[13] The correction factor due to the wall-attachment effects $K_p(d/D)$ for a creeping flow of a Newtonian fluid describes the decrease in the velocity resulting from the presence of the walls as a function of the ratio of the rays between those of the sphere and the tube (d/D). It is defined in experiments by

$$K_p(d/D) = \frac{U_{\mathrm{Stokes}}}{U_\infty(d/D)}. \tag{6}$$

The drag force can thus be defined by

$$F = 3\pi\eta d U_\infty K_p.$$

Faxen[14] solved the equation of motion while taking into account the boundary conditions simulating the walls and by using the approximation of Oseen.[5] He obtained a coefficient of correction applied to the Stokes force for a sphere falling into a cylinder:

$$K_{p\,\mathrm{Re}} = \left[1 - \frac{3}{16}\mathrm{Re} - \frac{d}{D}f\left(\frac{\mathrm{Re}/4}{d/D}\right) + 2.09\left(\frac{d}{D}\right)^3 - 0.95\left(\frac{d}{D}\right)^5\right]^{-1}, \tag{7}$$

where the function f has the following values:

$$f(0) = 2.104, \quad f(0.5) = 1.76, \quad f(1) = 1.48,$$

$$f(2) = 1.04, \quad f(5) = 0.46.$$

Bohlin,[15] in a theoretical study using an extension of Faxen's method of reflections obtains the following correction, for $\mathrm{Re} \ll 1$ and $d/D < 0.6$:

$$K_p = \left[1 - 2.10443\left(\frac{d}{D}\right) + 2.08877\left(\frac{d}{D}\right)^3 - 0.94813\left(\frac{d}{D}\right)^5 - 1.372\left(\frac{d}{D}\right)^6 + 3.87\left(\frac{d}{D}\right)^8 - 4.19\left(\frac{d}{D}\right)^{10}\cdots\right]^{-1}. \tag{8}$$

In an experimental study, Francis[16] gives for $d/D < 0.97$ and $\mathrm{Re} < 1$,

$$K_p = \left[\frac{1 - 0.475\frac{d}{D}}{1 - \frac{d}{D}}\right]^4. \tag{9}$$

Haberman and Sayre[17] also determined in experiments the coefficient K_p for $d/D < 0.8$ and $\mathrm{Re} < 2$,

Downloaded 24 Jan 2005 to 193.48.255.141. Redistribution subject to AIP license or copyright, see http://rsi.aip.org/rsi/copyright.jsp

$$K_p = \frac{1 - 0.75857\left(\frac{d}{D}\right)^5}{1 - 2.1050\left(\frac{d}{D}\right) + 2.0865\left(\frac{d}{D}\right)^3 - 1.7068\left(\frac{d}{D}\right)^5 + 0.72603\left(\frac{d}{D}\right)^6}. \quad (10)$$

Faxen's formula was confirmed in experiments by Kawata,[18] who expressed the wall effects, for $d/D<0.07$ and $\mathrm{Re}<1$, by

$$K_p = \left[1 - a_w \frac{d}{D}\right]^{-1}. \quad (11)$$

The a_w function has the following values:

$a_w = 2.104$ for $d = 2.0$ mm,

$a_w = 2.103$ for $d = 2.4$ mm,

$a_w = 2.099$ for $d = 3.2$ mm.

Sutterby[19] also carried out experimental works on the wall and inertial effects for $0<d/D<0.13$ and $0.0001<\mathrm{Re}<3.78$. As a result, an empirical correlation for the wall to wall correction factor of the type $K_p=f(\mathrm{Re}, d/D)$ needs to be used.

C. Lift force

Dealing with this problem relating to the hypothesis of the creeping flows does not reveal the presence of lift forces tending to move the sphere perpendicularly to the tube axis (Case of a rough sphere revolving around itself). Calculations of Rubinov and Keller[20] indicate that a sphere in rotation falling into a stationary fluid experiences a lift force F_L which is orthogonal to the motion direction. This force is given by

$$\mathbf{F}_L = \pi \frac{d^3}{8} \rho \mathbf{\Omega} \times \mathbf{U}[1 + O(\mathrm{Re})], \quad (12)$$

where $\mathbf{\Omega}$ is angular velocity of the sphere; $\mathbf{U}$ is sphere velocity. For low values of Reynolds numbers, the transverse force is independent of viscosity.[20] Rubinov and Keller[20] tried to apply their results to the problem of the lateral motion of a sphere freely suspended in a Poiseuille flow. The transverse force is always directed in order to bring back the sphere towards the center of the tube and would be cancelled on the tube axis.

D. End effects

The end effects were theoretically studied by Lorentz[21] in a length L tube, without considering the wall effect modelled later by Faxen.[14] For a sphere approaching a rigid infinite plan, he obtained the following correction:

$$K_b = 1 + \frac{9}{8}\frac{d}{2z}, \quad (13)$$

where z is the distance between the sphere and the cylinder base.

Tanner,[22] reusing the method of reflections taking into account the wall effect, modelled the end effect, and studied its influence on the total drag ($\mathrm{Re} \ll 1$). He gives the increase in the drag due to end effect according to the $2z/D$ ratio where z is the distance between the ball and the cylinder base and D is the tube diameter.

For Sutterby,[19] the corrections due to the end effects are useless for

$$L/D > 2 \quad \mathrm{Re} < 2 \quad d/D < 0.125.$$

Works of Flude and Daborn[4] confirm the results obtained by Sutterby.[19] Indeed, it is not necessary to apply at the same time the corrections due to the end effects and the corrections due to the edge effects, except if the ball is only a few diameters away from the tube base.

Equation (1) being valid only when the terminal velocity is reached, and if the sphere falls in an infinite medium without inertial effects, one will use, at first approximation, the coefficient of correction of Faxen [Eq. (7)] which makes it possible to consider at the same time edge effects and inertial effects. By considering that measurements are taken sufficiently far from the tube extremity, no coefficient relating to the end effects will be applied. Moreover, a possible rotation of the ball and a trajectory not truly vertical will not, in first approximation, be taken into consideration.

The expression of viscosity then becomes

$$\eta = \frac{d^2}{18U_\infty}(\rho_b - \rho)g\left[1 - \frac{3}{16}\mathrm{Re} - \frac{d}{D}f\left(\frac{\mathrm{Re}/4}{d/D}\right) + 2.09\left(\frac{d}{D}\right)^3 - 0.95\left(\frac{d}{D}\right)^5\right]. \quad (14)$$

E. Uncertainties calculations on the measurement system

The interest of this study being primarily metrological, it is important to determine uncertainty on the velocity mea-

TABLE I. Values used for the uncertainty calculation.

Parameter	Value	Standard uncertainty	Prepondérance (%)
Fluid density (kg m^{-3})	898	$2.25.10^{-2}$	0
Ball density (kg m^{-3})	6000	$4.5.10^{-2}$	1.9
Ball diameter (m)	2.10^{-3}	1.10^{-6}	47.7
Tube diameter (m)	10.10^{-2}	1.10^{-6}	0
Falling velocity (m s^{-1})	$9.5.10^{-3}$	$9.5.10^{-6}$	49.9
Gravity acceleration (m s^{-2})	9.81	91.10^{-8}	0.5
Viscosity (Pa s) (20 °C)	1.133	$1.416.10^{-3}$	···

Downloaded 24 Jan 2005 to 193.48.255.141. Redistribution subject to AIP license or copyright, see http://rsi.aip.org/rsi/copyright.jsp

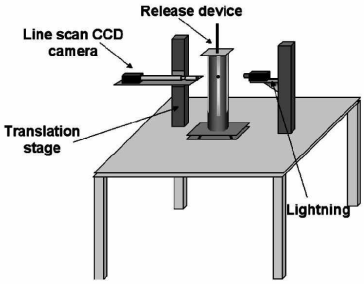


FIG. 1. Diagram of the experimental set-up.

surement system in order to reach the following viscosity measure objective: 10^{-3}.

The expression of the viscosity variance $u^2(\eta)$, by taking into account the previous noncorrelated parameters becomes

$$u^2(\eta) = \left(\frac{\partial \eta}{\partial d}\right)^2 u^2(d) + \left(\frac{\partial \eta}{\partial D}\right)^2 u^2(D) + \left(\frac{\partial \eta}{\partial \rho}\right)^2 u^2(\rho) + \left(\frac{\partial \eta}{\partial g}\right)^2 u^2(g) + \left(\frac{\partial \eta}{\partial \rho_b}\right)^2 u^2(\rho_b) + \left(\frac{\partial \eta}{\partial U_\infty}\right)^2 u^2(U_\infty). \tag{15}$$

We then calculate the uncertainty, with which the measurement principle must comply. This calculation is carried out using the parameters of Table I,

$$\mathrm{Re} = \frac{\rho U_\infty d}{\eta} = 0.01, \quad f\left(\frac{\mathrm{Re}/4}{d/D}\right) = 2.095.$$

It is noted that the two dominating parameters when calculating uncertainties are the ball diameter and its falling velocity. According to these parameters, the relative uncertainty of the velocity measurement system must be of 10^{-3} to obtain a relative uncertainty of 10^{-3} to the viscosity measure. This value thus will enable us to determine the most suitable measurement principle. With regard to the ball diameter, our means of calibration enable us to have an uncertainty-type of 1 μm.

III. VELOCITY MEASUREMENT METHOD

A. Measurement of U_∞

The authors having worked on the falling balls developed various velocity measurement systems. To compare the measurements of viscosity obtained by capillary viscosimetry and with a falling ball viscosimeter, Flude and Daborn[4] used a laser technique with Doppler effect. The sphere velocity is continuously measured as it falls into a cylinder filled with oil. Arigo and McKinley[23] visualized the falling ball using a fixed camera. Lommatzsch[24] proposed the following measurement method: the camera is given a velocity close to that of the ball. The ball velocity ($\mathbf{U}_\infty$) is then determined by the sum of its velocity in the field of the camera ($\mathbf{U}_{bc}$) and the camera velocity ($\mathbf{U}_c$):

$$(\mathbf{U}_c): \mathbf{U}_\infty = \mathbf{U}_{bc} + \mathbf{U}_c. \tag{16}$$

As for Tran-Son-Tay[25] and Mordant and Pinton[26] they developed systems of acoustic measurement based on the Doppler effect of an ultrasonic wave returned by the falling particle. In comparison with the various methods already used, it was thus decided to develop a method using a line scan CCD camera. The linear camera makes it possible to obtain very high resolutions and frequencies of acquisition and gives us the possibility of taking quasi-instantaneous velocity measurements. This technique enables us to measure the variations in the ball velocity along the tube and to observe its trajectory.

Finally, the translating stage allow us to move the camera along the tube filled with fluid (Fig. 1).

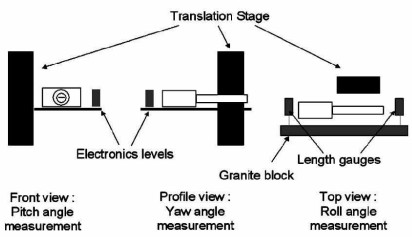
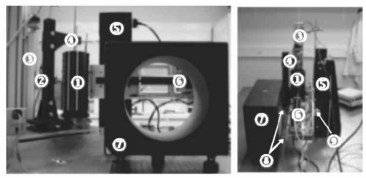


FIG. 2. Pitch, roll, and yaw angles measurement.



①: Cylindrical tube
②: Lighting
③: Stage allowing lighting displacement
④: Ball releasing device
⑤: Stage allowing camera control
⑥: Camera
⑦: Granite Block
⑧: Detectors
⑨: Electronic Levels

FIG. 3. Experimental bench.

TABLE II. Parameters.

	Value	Standard-uncertainty
d (m)	$2.000.10^{-3}$	1.10^{-6}
D (m)	$9.947.10^{-2}$	1.10^{-6}
ρ_b (kg m^{-3})	3963	2
g (m s^{-2})	9.81	91.10^{-8}
ρ (kg m^{-3}) (Oil 1) 22.389 °C	895	2
ρ (kg m^{-3}) (Oil 2) 19.149 °C	887	2
ρ (kg m^{-3}) (Oil 2) 21.114 °C	885	2
ρ (kg m^{-3}) (Oil 2) 24.617 °C	884	2

Downloaded 24 Jan 2005 to 193.48.255.141. Redistribution subject to AIP license or copyright, see http://rsi.aip.org/rsi/copyright.jsp

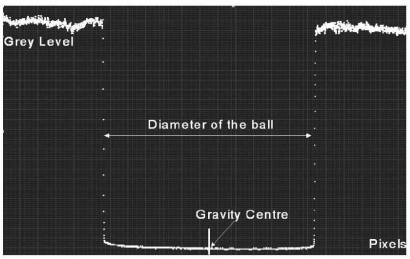


FIG. 4. Ball passage.

B. Experimental set-up

This part presents the various options chosen concerning the assembly of the experimental set-up. The video system of measurement must enable us to observe a ball of 2 mm out of 2000 pixels with a resolution of 1 pixel.

The camera used comes from the Lord Ingenierie Company (Corbreuse) associated with a video acquisition board National Instruments (PXI 1422) (Le Blanc-Mesnil). It is made of a 5150 pixel linear CCD sensor and a line frequency going up to 3.7 KHz.

In order to exploit the camera's possibilities, Silloptics Company provided the used lens (Wendelstein, Germany). This telecentric lens fits with an extension tube, which has an enlargement ×10. Monochromatic and shadowscopic lighting makes it possible to observe the ball with well-contrasted edges. For this purpose, a red LED provided with a condenser moves facing the camera.

The aluminium tube was treated in order to make it matt and to reduce the parasitic reflections of light. Four openings were cut out facing the cameras and lightings in order to place plane plates of glass making it possible to reduce the optical deformations which would have generated a tube out of traditional cylindrical glass.

The camera must move along the tube in order to follow the ball. To do so we use a Microcontrole (IMS300) (Evry) stage provided with a direct current engine. This stage makes it possible to move the camera at a distance of 300 mm, but generates errors of positioning due to the pitch, roll and yaw angles.[27,28]

Indeed the stage has a ball bearing guidance system and a precision ballscrew drive. However, a ball guidance is not repeated on the scale of the micrometer. It is consequently important to be able to correct the stage's defects.

TABLE III. Measurement results.

	1000 Hz		100 Hz		10 Hz	
	Velocity (mm/s)	Standard deviation	Velocity (mm/s)	Standard deviation	Velocity (mm/s)	Standard deviation
Measurement 1	7.03	0.11	7.05	0.08	7.050	0.002
Measurement 2	7.06	0.1	7.06	0.01	7.051	0.003
Measurement 3	7.05	0.09	7.05	0.02	7.048	0.001
Measurement 4	7.04	0.08	7.04	0.02	7.047	0.004
Measurement 5	7.04	0.09	7.04	0.03	7.040	0.002
Measurement 6	7.03	0.1	7.04	0.01	7.043	0.003

The measurement of the hunting will be made with the assistance of an electronic level, which directly gives us the value of the angle. The measurement of the roll angle is made with the assistance of two length gauges. These length gauges are placed facing a reference surface (Granite block). One calculates the camera's angle of rotation by knowing the distance between the detectors and the displacement measured by each one of them. Finally, pitch angle is measured with another electronic level (Fig. 2).

The balls used must be selected so as to keep very low Reynolds numbers. The tests will be carried out with ceramics balls, glass balls,… .

In order to maintain the ball in oil and to release it at rest in the centre of the tube, we developed an aspiration release device. This method thus enables us to use any ball materials to carry out the tests, contrary to an electromagnet. A device then enables us to accurately position the ball in the center of the tube. Finally, the temperature is controlled with the assistance of a 25 Ohms platinum probe. Finally, all the instruments are interfaced under LabView. Figure 3 shows the bench described previously.

IV. EXPERIMENTAL RESULTS

A. The system used

First measurements were taken for two minerals oils (Oil 1 and Oil 2) and for different temperatures. Table II presents the values of the various parameters and their associated uncertainties.

B. Velocity measurement

The following image (Fig. 4) presents the ball seen by the line scan camera when passing in front of the lens at the

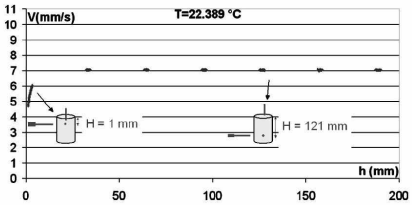


FIG. 5. Variations in the ball's velocity (acquisitions at 100 Hz) obtained at different positions h(mm).

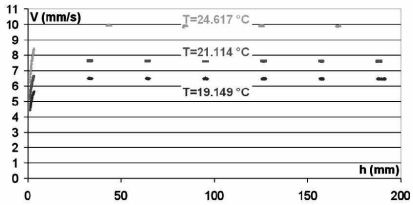


FIG. 6. Falling velocity of a 2 mm ceramics ball in a 350-oil (Oil 2) at 19.149 °C, 21.114 °C, and 24.617 °C.

Downloaded 24 Jan 2005 to 193.48.255.141. Redistribution subject to AIP license or copyright, see http://rsi.aip.org/rsi/copyright.jsp

TABLE IV. Comparison between the results obtained using the capillary viscometer and the falling-ball viscometer.

	Falling ball viscometer		Capillary viscometer	
Temperature (°C)	Viscosity (Pa s)	Standard uncertainty (Pa s) ($k=1$)	Viscosity (Pa s)	Standard uncertainty (Pa s) ($k=1$)
19.149	0.987	0.002	0.985	0.004
21.114	0.843	0.002	0.842	0.004
24.617	0.644	0.002	0.644	0.004

time of its fall. The position of the ball edge is given by finding the point where the gradient of grey level is maximum. This data enables us to measure the ball diameter and to obtain the barycentre position with very good accuracy. By knowing the time interval between two images and the displacement of the barycentre, the falling ball velocity is obtained.

Several measurements are taken along the tube. The camera remains fixed and in order to measure the ball velocity in the field of the camera. Once the ball has passed, the camera is displaced for the following measurement.

Seven measurements are made along the tube. The first one is made just after its release and the following ones are every 3 cm.

The first measurement makes it possible to feature the transient motion of the ball, the others give the terminal velocity reached by the ball (Fig. 5).

C. Results

Table III summarizes the measurements made all along the fall for various frequencies of acquisitions, when the ball reaches its terminal velocity. The velocity value is calculated from the average of the results obtained for each measurement.

$$U_\infty = 7.045 \pm 0.024 \text{ mm s}^{-1} \ (k=2),$$

k is the coverage factor. Therefore, the obtained viscosity is

$$\eta = 0.909 \pm 0.004 \text{ Pa s} \ (k=2).$$

By using a capillary viscosimeter, the obtained viscosity, for the same temperature is

$$\eta = 0.908 \pm 0.008 \text{ Pa s} \ (k=2).$$

D. Viscosity measurements at other temperatures

Complementary tests were conducted at 19.149 °C, 21.114 °C, and 24.617 °C by using another oil and a 2-mm diameter ceramic ball. The results obtained are shown in Fig. 6 and are compared with the value of the viscosity obtained by measurement with a capillary tube viscometer (Table IV).

These first results make it possible to obtain the variations in the falling velocity of the ball along the tube, with high frequencies (1000 Hz and 100 Hz), the possibility of taking transiant measurements and consequently following the velocity variations, and for weaker frequencies (10 Hz), the possibility of having excellent uncertainties on the velocity measurement (standard deviation of repeatability ranging between 0.001 and 0.004 mm s^{-1}).

The results are in perfect compliance with those obtained by capillary viscometry. If the values are compared, a 0.2% variation is found.

To summarize, the results obtained show that the principle of measurement perfectly complies with our expectations. In fact, at the time of the same experiment, we could obtain the acceleration of the ball as well as the area where the ball terminal velocity is reached. The use of a linear camera enables us to take measurements at high frequency while keeping an excellent resolution. Finally, this method of absolute measurement enables us, for high viscosities, to reduce the uncertainties obtained by capillary viscometry.

ACKNOWLEDGMENTS

This work was carried out within the framework of a CIFRE Phd contract in partnership with the Laboratoire de Rhéologie in Grenoble and the support from the BNM. The authors would like to thank their colleagues from the workgroup for their useful comments during the course of this work: Mrs. C. Graciannette, Mr. D. Jouin, Mr. P. Lacipierre, Mr. R. Morice, and Mrs. F. Ollier.

[1] M. Megharfi, E. Devin, and J. F. Moro, Bulletin du bureau national de la métrologie, 1996, Vol. 106, pp. 47–59.
[2] A. F. Collings and V. Bajenov, Metrologia **66**, 61 (1983).
[3] R. Clift, J. R. Grace, and M. E. Weber, *Bubbles, Drops, and Particles* (Academic, New York/London, 1978).
[4] C. Flude and J. E. Daborn, J. Phys. E **15**, 1313 (1982).
[5] C. W. Oseen, *Neuere Methoden und Ergebnisse in der Hydrodynamik* (Akademische Verlagsgesellschaft, Leipzig, 1927), Vol. 10.
[6] I. Proudman and J. R. A. Pearson, J. Fluid Mech. **2**, 237 (1957).
[7] J. R. Ockendon and G. A. Ewans, Aero. Sci. **3**, 327 (1972).
[8] S. Goldstein, Proc. R. Soc. London, Ser. A **123**, 225 (1929).
[9] D. Shanks, J. Math. Phys. **34**, 1 (1995).
[10] T. Maxworthy, J. Fluid Mech. **23**, 369 (1965).
[11] A. R. Khan and J. F. Richardson, Chem. Eng. Commun. **62**, 135 (1987).
[12] G. C. Stokes, Trans. Cambridge Philos. Soc. **9**, 8 (1851); Mathematical and Physical Papers **3**, 1 (1901).
[13] M. T. Arigo and G. H. McKinley, ASME FED **194**, 139 (1994).
[14] H. Faxen, Ark. Mat., Astron. Fys. **17**, 1 (1922).
[15] X. Bohlin, Trans R. Inst. Teck. **155**, 1 (1960).
[16] A. W. Francis, Physics (N.Y.) **4**, 403 (1933).
[17] W. L. Haberman and R. M. Sayre, David Taylor Model Basin Report No. 1143 (1958).
[18] M. Kawata, K. Kurase, and K. Yoshida, Proceeding of the 5th International Congress on Rheology, 1963, Vol. 1, pp. 453–472.
[19] J. L. Sutterby, Trans. Soc. Rheol. **17**, 559 (1973).
[20] S. I. Rubinow and J. B. Keller, J. Fluid Mech. **11**, 447 (1961).
[21] H. A. Lorentz, Abhand. Theor. Phys. **1**, 23 (1907).
[22] R. I. Tanner, J. Fluid Mech. **17**, 161 (1963).
[23] M. T. Arigo, N. Shapley, G. H. McKinley, and D. Rajagoplan, J. Non-Newtonian Fluid Mech. **60**, 225 (1995).
[24] T. Lommatzsch, M. Megharfi, E. Mahe, and E. Devin, Metrologia **38**, 531 (2001).
[25] R. Tran-Son-Tay, B. B. Beaty, D. N. Acker, and R. M. Hochmuth, Rev. Sci. Instrum. **59**, 1399 (1988).
[26] N. Mordant and J. F. Pinton, Eur. Phys. J. B **18**, 343 (2000).
[27] J. M. David, S. Leleu, G. Diolez, and T. Roux, 10ème Congrès International de Métrologie, 2001.
[28] A. H. Slocum, Micro Electro Mechanical Systems. **92**, 37 (1992).

Downloaded 24 Jan 2005 to 193.48.255.141. Redistribution subject to AIP license or copyright, see http://rsi.aip.org/rsi/copyright.jsp

Annexe 9 : Absolute falling-ball viscometer: Evaluation of measurement uncertainty (Article accepté dans la revue Métrologia)

ABSOLUTE FALLING-BALL VISCOMETER : EVALUATION OF MEASUREMENT UNCERTAINTY

M. Brizard; M. Megharfi

Laboratoire national de métrologie et d'essais (LNE), 1 rue Gaston Boissier 75015 Paris cedex 15 (France).

C. Verdier

Laboratoire de Spectrométrie Physique (UMR5588, UJF-CNRS), 140 avenue de la physique BP 87 38402 Saint Martin d'Hères Cedex (France).

Summary

To reduce the uncertainties of measurements obtained by means of capillary viscometers, we developed an absolute falling ball viscometer. The metrological characterization of this experimental bench is presented for a mineral oil with a viscosity of 30 Pa.s by means of two distinct methods described in the GUM (Guide to the expression of Uncertainty in Measurement). First, the calculation is performed using the law of propagation of uncertainties. Then, because of the increasing use of the techniques of propagation of distributions in metrology, we calculated the measurement uncertainties by a numerical Monte Carlo simulation. Both results were then compared for a confidence interval of 95 %.
Finally, the viscosity measurements and uncertainties obtained by the falling ball viscometer were compared against those obtained by a capillary viscometer.

Key words

Falling ball Viscometer, Uncertainties, Propagation of Uncertainties, Propagation of Distributions, Monte Carlo

Introduction

The LNE viscosity laboratory (Laboratoire National de Métrologie et d'Essais) supplies the reference oils and calibrates all kinds of capillary tube viscometers to ensure coherence with the national standards. The evidence of national viscosity scale is based on the kinematic viscosity of water bidistilled at 20 °C (1.0034 $mm^2.s^{-1}$). This value allows calibration of the primary U-viscometers, which are then used to calibrate different types of viscometers.
The major inconveniences of this method are the increase of the uncertainty at each "step-up" [1] during the process and the fact that it is based on the viscosity of water at 20°C, which itself is a value subject to uncertainties [2,9]. This is why we developed an absolute falling-ball viscometer that allows upholding a low uncertainty while covering a large viscosity range (0.1 Pa.s to 100 Pa.s using ball different in size and density) but that also ensures traceability to the base units of the International System [3].

This experimental setup is based on the following principle. A rigid solid ball, with a diameter d and a density ρ_b, drops under the effect of gravity in the Newtonian liquid studied with a density ρ and a viscosity coefficient η. For Newtonian fluids, the measuring principle is based on the relative equilibrium of pressure, viscosity and gravity forces.
The theoretical base of the problem is the Stokes theory. It is valid for very small Reynolds numbers, in steady state and in an infinite environment.

The drop velocity of the ball is then inversely proportional to the viscosity, wich is given by the following expression:

$$\eta = \frac{d^2}{18U_\infty}(\rho_b - \rho)g \qquad (1)$$

wherein:
η: dynamic viscosity of the fluid (Pa.s)
d: diameter of the ball (m)
U_∞: speed limit of the ball ($m.s^{-1}$)
ρ_b : density of the ball ($kg.m^{-3}$)
ρ : density of the fluid ($kg.m^{-3}$)
g: gravitational acceleration ($m.s^{-2}$)

However, this equation is only valid when the speed limit is reached, and for a ball falling in an infinite environment without inertia effects [4]. This is why a number of corrections must be applied to the speed U_∞ of a ball falling in a cylindrical tube with a diameter D filled with oil. Hence, we distinguish corrections due to the inertia effects, those due to the edge effects and finally those due to the end effects.
The end effects will be disregarded considering that the viscosity measurement is performed at a sufficiently large distance from the end of the tube to be of any significance. As for the edge and inertia effects, we will use the coefficient of Faxen K_{pRe} [5] in which intervene both the influence of the Reynolds number and that of the diameter (D) of the tube in which the ball drops:

$$K_{pRe} = \left[1 - \frac{3}{16}Re - \frac{d}{D}f\left(\frac{Re/4}{d/D}\right) + 2.09\left(\frac{d}{D}\right)^3 - 0.95\left(\frac{d}{D}\right)^5\right]^{-1} \qquad (2)$$

wherein the function f takes the following values:
f(0)=2.104 f(0.5)=1.760 f(1)=1.48 f(2)=1.0401 f(5)=0.46

An interpolating formula for $0 < \frac{Re/4}{d/D} < 5$ is given by :

$$f\left(\frac{Re/4}{d/D}\right) = 2{,}104 - 0{,}768\left(\frac{Re/4}{d/D}\right) + 0{,}178\left(\frac{Re/4}{d/D}\right)^2 - 0{,}038\left(\frac{Re/4}{d/D}\right)^3 + 0{,}004\left(\frac{Re/4}{d/D}\right)^4$$

Re is the Reynolds number based on the diameter of the ball: $Re = \frac{\rho U_\infty d}{\eta}$.

The viscosity formula thus becomes:

$$\eta = \frac{d^2}{18U_\infty K_{pRe}}(\rho_b - \rho)g$$

$$\eta = \frac{d^2}{18U_\infty}(\rho_b - \rho)g\left[1 - \frac{3}{16}Re - \frac{d}{D}f\left(\frac{Re/4}{d/D}\right) + 2.09\left(\frac{d}{D}\right)^3 - 0.95\left(\frac{d}{D}\right)^5\right] \qquad (3)$$

In addition, to allow for the viscosity variation of the oil due to the temperature variation during the experience, we add the term $\Delta\eta(T)\Delta T$, wherein:
ΔT is the evolution of the oil temperature in the tube including temperature measurement uncertainty (°C).
$\Delta\eta(T)$ represents the temperature coefficient of the oil ($Pa.s.K^{-1}$).
The expression of the dynamic viscosity is thus:

$$\eta = \frac{d^2}{18U_\infty}(\rho_b - \rho)g\left[1 - \frac{3}{16}Re - \frac{d}{D}f\left(\frac{Re/4}{d/D}\right) + 2.09\left(\frac{d}{D}\right)^3 - 0.95\left(\frac{d}{D}\right)^5\right] + \Delta\eta(T)\Delta T \qquad (4)$$

The dynamic viscosity measurement is thus based on measurement of the falling velocity of the ball. For this, the ball is released at the top of the tube. Its velocity increases until it reaches a speed limit that we measure by means of a line-scan CCD camera, mounted on a translation stage, which follows the ball during its fall. Figure 1 presents the experimental viscosity measurement bench. A red LED facing the camera allows us to obtain a shadow illumination of the ball. The probes in front of the granite block and the electronic levels allow measurement and correction of the roll, pitch and yaw errors of the translation stage.

This article presents the metrological characterization of this experimental bench. The uncertainty calculation on the dynamic viscosity is developed by application of the law of propagation of uncertainties. However, this law is based on the first-order Taylor-series development of the function η.

It is difficult to assess the impact of these conditions. This is why we will compare the results of the law of propagation of the variances with those from a numerical Monte Carlo simulation [6]. This more general method allows reconstitution of a random phenomenon by numerical simulation. The probability densities of each input magnitude are propagated in order to obtain the probability density of the output variable.

The calculation is made for a 7-mm steel ball dropping in a mineral oil at a temperature of 21.680°C.

1. Propagation of uncertainties

We will structure the uncertainty calculation in four steps [7].

A. Analysis of the measuring process

First we must precisely define the measurand, analyze the measuring process in order to define and analyze the principal factors that have an impact on the definition of the measurand (Figure 2). Then, we must establish the mathematical model of the measuring process that will be used for analysis of the law of propagation of uncertainties. This allows us to translate all available data for calculation of the measuring results.

The magnitude we want to measure is the dynamic viscosity of which the mathematical expression is given by equation 4.

B. Calculation of standard uncertainties

For assessment of the numeric value of standard uncertainties associated with each component of the uncertainty, two methods can be used:

- Type A uncertainty: The uncertainty components are assessed by using measuring results, repeated observations.
- Type B uncertainty: We use the probability distributions to assess the dispersion linked to an uncertainty component.

The data pertaining to each input parameter are summarized in table 1.

C. Determination of the combined standard uncertainty

The law of propagation of uncertainties manages the contribution of the variances of each input magnitude, their covariances, if existing, through the mathematical model resulting from the measuring process (Equation 5). This equation is based on a first-order Taylor-series approximation.

$$u^2(\eta)_{order1} = \sum_{i=1}^{N}\left(\frac{\partial\eta}{\partial x_i}\right)^2 u^2(x_i) + 2\sum_{i=1}^{N-1}\sum_{j=i+1}^{N}\frac{\partial\eta}{\partial x_i}\frac{\partial\eta}{\partial x_j}u(x_i, x_j) \qquad (5)$$

with $x_1 = d$, $x_2 = D$, $x_3 = g$, $x_4 = \rho$, $x_5 = \rho_b$, $x_6 = U_\infty$, $x_7 = \Delta\eta(T)$, $x_8 = \Delta T$, $x_9 = f\left(\frac{Re/4}{d/D}\right) = f$ and $x_{10} = \overline{\eta}$

and in which $u^2(\eta)_{order1}$ is the variance composed of η, only taking account of the first-order Taylor-series development terms.

$$\begin{aligned} u^2(\eta)_{order1} = & \left(\frac{\partial\eta}{\partial d}\right)^2 u^2(d) + \left(\frac{\partial\eta}{\partial D}\right)^2 u^2(D) + \left(\frac{\partial\eta}{\partial g}\right)^2 u^2(g) + \left(\frac{\partial\eta}{\partial \rho}\right)^2 u^2(\rho) + \left(\frac{\partial\eta}{\partial \rho_b}\right)^2 u^2(\rho_b) \\ & + \left(\frac{\partial\eta}{\partial U_\infty}\right)^2 u^2(U_\infty) + \left(\frac{\partial\eta}{\partial \Delta\eta(T)}\right)^2 u^2(\Delta\eta(T)) + \left(\frac{\partial\eta}{\partial \Delta T}\right)^2 u^2(\Delta T) \\ & + \left(\frac{\partial\eta}{\partial f}\right)^2 u^2(f) \\ & + 2\left(\frac{\partial\eta}{\partial d}\right)\left(\frac{\partial\eta}{\partial \rho_b}\right) u^2(C_{jd}) + u^2(\overline{\eta}) \end{aligned} \tag{6}$$

The term $u^2(\overline{\eta})$ corresponds to the repeatability of the viscosity measurement.
In this formula, we take account of the correlation caused by the existence of a bias error common to all diameter and density measurements of the ball:
$2\left(\frac{\partial\eta}{\partial d}\right)\left(\frac{\partial\eta}{\partial \rho_b}\right) u^2(C_{jd})$.
For each parameter, we calculate its contribution to the combined variance of η (Table 1). Each contribution is represented in the form of a histogram in figure 3. The calculations were carried out with the software Wincert (Implex, Lyon –France).
Then we obtain:

$$\eta = 29.46905838 \text{ Pa.s}$$
$$u(\eta)_{order1} = 0.0321780718 \text{ Pa.s}$$
$$Re = 0.001$$
$$\text{at } T = 21.680 \text{ °C}$$

When the non-linearity of the studied function becomes significant, the terms of a higher order must be included in the Taylor-series development for calculation of the expression $u^2(\eta)$:

$$\begin{aligned} u^2(\eta)_{order2} = & \left(\frac{\partial\eta}{\partial d}\right)^2 u^2(d) + \left(\frac{\partial\eta}{\partial D}\right)^2 u^2(D) + \left(\frac{\partial\eta}{\partial g}\right)^2 u^2(g) + \left(\frac{\partial\eta}{\partial \rho}\right)^2 u^2(\rho) + \left(\frac{\partial\eta}{\partial \rho_b}\right)^2 u^2(\rho_b) \\ & + \left(\frac{\partial\eta}{\partial U_\infty}\right)^2 u^2(U_\infty) + \left(\frac{\partial\eta}{\partial \Delta\eta(T)}\right)^2 u^2(\Delta\eta(T)) + \left(\frac{\partial\eta}{\partial \Delta T}\right)^2 u^2(\Delta T) \\ & + \left(\frac{\partial\eta}{\partial f}\right)^2 u^2(f) \\ & + 2\left(\frac{\partial\eta}{\partial d}\right)\left(\frac{\partial\eta}{\partial \rho_b}\right) u^2(C_{jd}) + u^2(\overline{\eta}) \\ & + \sum_{i=1}^{n}\sum_{j=1}^{n}\left[\frac{1}{2}\left(\frac{\partial^2\eta}{\partial x_i \partial x_j}\right)^2 + \frac{\partial\eta}{\partial x_i}\frac{\partial^3\eta}{\partial x_i \partial x_j^2}\right] u^2(x_i) u^2(x_j) \end{aligned} \tag{7}$$

with $x_1 = d$, $x_2 = D$, $x_3 = g$, $x_4 = \rho$, $x_5 = \rho_b$, $x_6 = U_\infty$, $x_7 = \Delta\eta(T)$, $x_8 = \Delta T$, $x_9 = f\left(\frac{Re/4}{d/D}\right) = f$ and $x_{10} = \overline{\eta}$

$$\eta = 29.46905838 \text{ Pa.s}$$

$$u(\eta)_{order2} = 0.03217817151 \text{ Pa.s}$$
$$Re = 0.001$$
$$\text{at } T = 21.680 \text{ °C}$$

$$u(\eta)_{order2} - u(\eta)_{order1} = 1.2764.10^{-7} \text{ Pa.s}$$

We may thus consider the second-order terms negligible; hence, it is sufficient to apply the law of propagation of uncertainties to the first order.

D. Determination of the expanded uncertainty

Finally, we must express the result and its uncertainty. The standard uncertainty $u(\eta)$ is the result of a measurement expressed in the form of a standard deviation. The enlarged uncertainty $U(\eta)$ corresponds with a magnitude defining an interval, close to the result of a measurement, of which we can expect that it comprises a high fraction of the distribution of the values that could reasonably be attributed to the measurand:

$U(\eta) = ku(\eta)$, in which k is the coverage factor

The coverage factor can be determined by taking a value from the normal distribution, assuming that the central limit theorem applies, or if we want to obtain its value, the effective number of degrees of freedom can be calculated by the Welch-Satterthwaite [7] formula. However, beyond 10 degrees of freedom, which applies in our case because of the large number of input data, the Student distribution tends towards a normal distribution.

Consequently, we can take k=2 as the coverage factor to have a confidence level of approximately 95 %. The final uncertainty is expressed by 2 significant figures and the result is rounded to the last significant uncertainty figure by means of the Gauss rounding rule [7]:

$$\eta = 29.469 \pm 0.065 \text{ Pa.s } (k = 2)$$
$$Re = 0.001$$
$$\text{at } T = 21.680 \text{ °C}$$

2. Propagation of distributions

As its name implies, the law of propagation of uncertainties allows propagation of the standard uncertainties of the input magnitudes to determine the standard uncertainty (Figure 4).

The Monte Carlo method is a more general numerical method. It allows artificial reconstitution of a random phenomenon by simulating a fictive sample of realizations based on assumptions on random variables.

We must thus define the probability densities of each input magnitude, which then will be propagated to obtain the probability density of the output variable (Figure 4).

At each simulation, the Monte Carlo method generates a sample of size n, based on the probability density of each X_i, i=1..n. This operation is then repeated a large number of times M, and Y is calculated for each sample.

It is recommended to have an M-value of at least 10^6 to approach the theoretical distribution from the empiric distribution (Figure 5) [8].

The probability densities of each input magnitude are defined in table 2.

The standard deviations of each variable are obtained by taking the standard uncertainties calculated in part 1.

Finally, the result is given with a confidence interval $I_p(\eta) = [\eta_{low}, \eta_{high}]$ corresponding with a probability p of 95 % (Figure 5). The calculations were carried out with the software Crystal ball (Sigma Plus, Toulouse – France).

$$\eta = 29.469 \text{ Pa.s}$$
$$u(\eta) = 0.032 \text{ Pa.s}$$

$$I_{95\%}(\eta) = [29.405 \ , \ 29.533] \text{ Pa.s}$$
$$\text{Re} = 0.001$$
$$\text{at } T = 21.680 \ °C$$

3. Results and discussions

We have seen that the law of propagation of uncertainties is based on the first-order Taylor-series development of the function η, assuming that η is linear. It is thus interesting to compare the results obtained by propagation of uncertainties and those obtained by digital Monte Carlo simulation. Table 3 presents the results obtained by both uncertainty calculation methods.
We see that the difference between both obtained confidence intervals is very small and that the interval calculated by digital simulation is included in that of the propagation of uncertainties. Moreover, if we take 2 significant digits, the standard uncertainty measurement is the same in both cases. These results are thus totally in agreement with each other.
However, in order to follow the procedure proposed by the GUM supplement on numerical distribution propagation methods [8], we also applied the comparison criterion described in that document. Indeed, the document recommends applying the law of propagation of uncertainties by adding terms of a higher degree if necessary and to provide a 95 % confidence interval for the output variable. Then, to validate the law of propagation of uncertainties, a digital Monte Carlo simulation should be applied to provide us with a standard uncertainty and a 95 % confidence interval. Then, we must determine if the confidence intervals obtained by the Monte Carlo method and the law of propagation of uncertainties concur with a degree of approximation calculated in the following manner:

- We express the standard uncertainty $u(\eta)$ as $a \times 10^r$ in which 'a' is a 2-figure integer (corresponding with the number of significant digits, in this case 2) and 'r' is an integer. The precision of the comparison is then:

$$\delta = \frac{1}{2} 10^r \tag{8}$$

- We then determine the quantities $|\eta - U(\eta) - \eta_{low}|$ and $|\eta + U(\eta) - \eta_{high}|$.

If none of both quantities are larger than δ, the law of propagation of uncertainties is validated.
With 2 significant digits for $u(\eta)$, we have:

$\eta = 29.46905838$ Pa.s

$u(\eta) = 0.032$ Pa.s $= 32.10^{-3}$ Pa.s

thus $\delta = 0.5.10^{-3} = 0.0005$

$$|\eta - U(\eta) - \eta_{low}| = 0.00066579$$
$$|\eta + U(\eta) - \eta_{high}| = 0.00058551$$

The obtained results do not allow us to comply with the criterion described in the GUM supplement. This criterion is relevant in most cases but it does not seem suitable for very small uncertainty measurements. Indeed, the deviation between both methods does not allow us to conclude that the law of propagation of uncertainties is not validated.

Finally, the results obtained by means of the falling ball absolute viscometer are compared with the measurements made with a capillary viscometer (Table 4). The viscosity values obtained by both methods are totally compliant with a 0.08 % deviation. Consequently, for high viscosities, the falling ball viscometer allows a direct tracebility to the SI units with reduced measurement uncertainties.

Acknowledgments : The authors would like to thank Mrs Amarouche and Mrs Desenfant for their useful comments during the course of this work.

Bibliography

[1] Megharfi M., Devin E. and Moro J.F. La matérialisation de l'échelle de viscosité au BNM-LNE. Bulletin du bureau national de la métrologie. 47-59 (1996).

[2] Collings A.F. and Bajenov V. A high precision capillary viscometer and further relative results for the viscosity of water. Metrologia. 66, 61-66 (1983).

[3] Brizard M., Megharfi M., Mahe E. and Verdier C. Design of a high precision falling-ball viscometer. Review of Scientific Instruments. 76, 025109 (2005).

[4] Clift R., Grace J.R. and Weber M.E. Bubbles, drops and particles. Academic Press. New York / London (1978).

[5] Faxen H. Die Bewegund einer starren Kugel längs der Achse eines mit zäher Flüssigkeit gefüllten Rohres. Arkiv för matematik, Astronomi och Fysic. 17, 1-28 (1922).

[6] Cox M.G., Dainton M.P. Harris P.M. Software Support for Metrology Best Practice Guide No 6. Uncertainty and Statistical Modelling. NPL (2001).

[7] Guide to the expression of Uncertainty in Measurement. International Organisation for Standardisation. ISBN 92-67-10188-9, (1995).

[8] Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement Supplement 1. Numerical Methods for the Propagation of Distributions. Draft (2004).

[9] Viscosity of water. ISO/TR 3666 (1998).

Table 1 : Parameters

Uncertainty Source	Values	Assessment type	Distribution	Standard-uncertainty (u_i)	Sensitivity coefficient (c_i)	Uncertainty ($c_i.u_i$) (Pa.s)	Weight (%)
Ball diameter (d)	7.00206 mm	B	Normal	0.4 µm	$7.69914.10^{3}$	0.003080	0.92
Tube diameter (D)	99.61 mm	B	Normal	82.98192 µm	50.4793	0.004189	1.69
Gravitational acceleration (g)	9.81 $m.s^{-2}$	B	Normal	5.10^{-8} $m.s^{-1}$	3.00398	0.0000002	0.00
Oil density (ρ)	888.55 $kg.m^{-3}$	B	Normal	0.9 $kg.m^{-3}$	-0.004328	-0.003896	1.47
Ball density (ρ_b)	7696.95 $kg.m^{-3}$	B	Normal	1.32 $kg.m^{-3}$	0.004328	0.005713	3.15
Ball velocity (U_∞)	5.265 $mm.s^{-1}$	B	Normal	0.0052499 $mm.s^{-1}$	-5597.17	-0.029105	81.81
Oil temperature coefficient $(\Delta\eta(T))$	-1.783 $Pa.s.K^{-1}$	B	Normal	0.00675 $Pa.s.K^{-1}$	0	0	0.00
Temperature evolution (ΔT)	0 °C	B	Normal	0.005731854 K	-1.78314	-0.010221	10.09
Faxen function $f\left(\frac{Re/4}{d/D}\right)$	2.101	B	Uniform	$6.40989.10^{-15}$	-1.93988	$-1.24345.10^{-14}$	0.00
Reproducibility $(\overline{\eta})$	/	A	/	3.10^{-3} Pa.s	1	0.003	0.87

Table 2 : Probability densities of the input magnitudes

Xi	Distribution type	Average	Standard uncertainty
d	Normal	7.00206 mm	0.4 µm
D	Normal	99.61 mm	82.98192 µm
g	Normal	9.81 $m.s^{-2}$	5.10^{-8} $m.s^{-1}$
ρ	Normal	888.55 $kg.m^{-3}$	0.9 $kg.m^{-3}$
ρ_b	Normal	7696.95 $kg.m^{-3}$	1.32 $kg.m^{-3}$
U_∞	Normal	5.265 $mm.s^{-1}$	0.0052499 $mm.s^{-1}$
Δη(T)	Normal	-1.783139 $Pa.s.K^{-1}$	0.00675 $Pa.s.K^{-1}$
ΔT	Normal	0 °C	0.005731854 K
$f\left(\frac{Re/4}{d/D}\right)$	Uniform	2.101	$6.4099.10^{-15}$
$\overline{\eta}$	Normal	/	3.10^{-3} Pa.s

Table 3 : Results obtained by the law of propagation of uncertainties and by numerical Monte Carlo simulation

Monte Carlo (95 %) (Pa.s)	Propagation of variances (k=2) (Pa.s)
$u(\eta) = 0.0320780639$ $\eta_{low} = 29.4053657982$ $\eta_{high} = 29.5328244963$ $I = [29.4053657982 \; ; \; 29.5328244963]$	$u(\eta) = 0.0321780718$ $U(\eta) = 0.06435614$ $I = [29.4047 \; ; \; 29.53341]$

Table 4 : Comparison between the results obtained by means of a capillary viscometer and those obtained by means of the falling ball viscometer

	Falling ball Viscometer		Capillary Viscometer	
Temperature (°C)	Viscosity (Pa.s)	Standard Uncertainty (Pa.s) (k = 2)	Viscosity (Pa.s)	Standard Uncertainty (Pa.s) (k = 2)
21.680	29.469	0.065	29.492	0.212

Figure 1 : Experimental set up

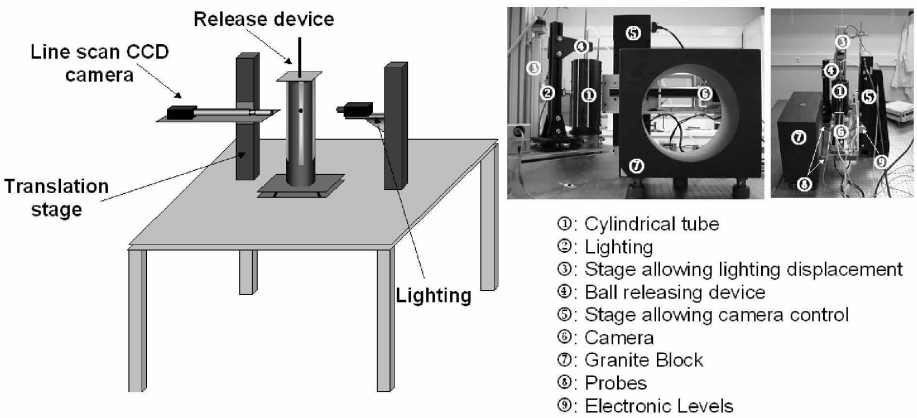


Figure 2 : Measuring process analysis

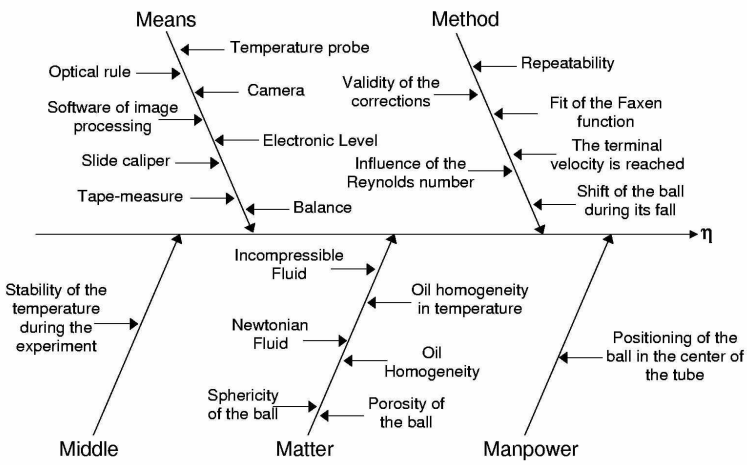


Figure 3 : Contributions

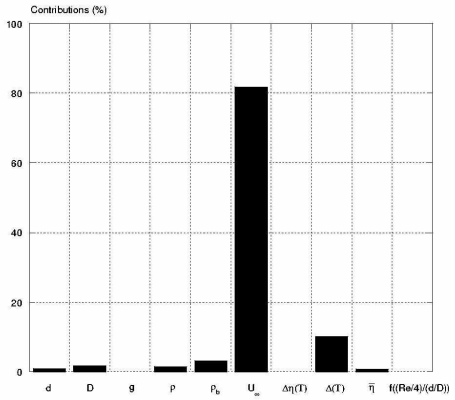


Figure 4 : Propagation of uncertainties and distributions

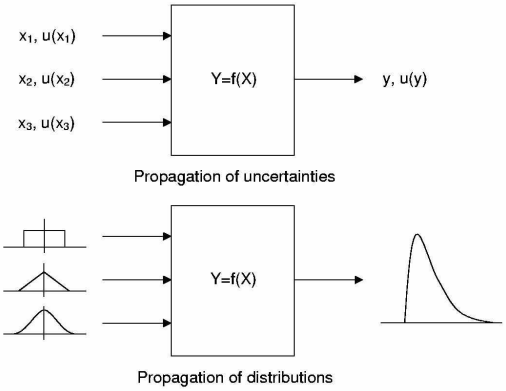
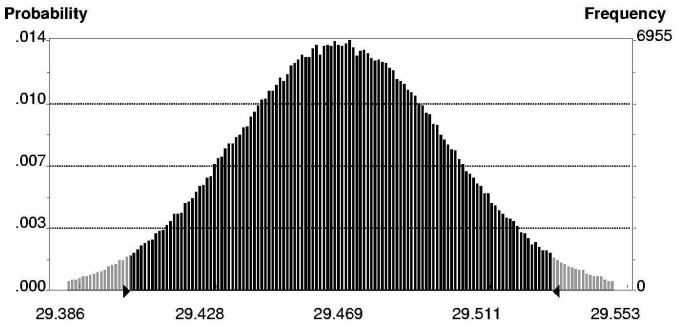


Figure 5 : Probability density of η



Annexe 10 : Développement d'un viscosimètre à chute de bille pour la mesure de la viscosité des fluides. 12ème Congrès International de Métrologie. Lyon. 20-23 Juin 2005.

DEVELOPPEMENT D'UN VISCOSIMETRE A CHUTE DE BILLE POUR LA MESURE DE LA VISCOSITE DES FLUIDES.

M. Brizard, M. Megharfi et E. Mahé
Laboratoire national de métrologie et d'essais, 1rue Gaston Boissier, 75724 Paris Cedex 15, France

C. Verdier
Laboratoire de Spectrométrie Physique (UMR5588, UJF-CNRS), 140 avenue de la Physique BP 87, 38402 Saint Martin d'Hères Cedex, France

Résumé

L'augmentation de l'incertitude tout au long de l'échelle de viscosité étant le principal inconvénient de la viscosimétrie capillaire, le LNE a décidé de développer un viscosimètre absolu à chute de bille permettant de couvrir une large gamme de viscosité tout en gardant une faible incertitude. La mesure de viscosité repose alors sur la mesure de la vitesse limite de chute de la bille. Un banc expérimental a été développé afin d'atteindre une incertitude relative de l'ordre de 10^{-3}. Il doit permettre d'observer la trajectoire de la bille et d'obtenir l'évolution de sa vitesse.

Abstract

The increase in uncertainty throughout the viscosity scale being the principal disadvantage of capillary viscometry, an absolute falling-ball viscometer has been developed, making it possible to cover a wide range of viscosities while keeping a weak uncertainty. The measurement of viscosity of a liquid then rests on the terminal velocity measurement of a falling ball. An experimental bench was developed in order to reach a relative uncertainty of the order of 10^{-3}. It allows to observe the trajectory of the ball and to obtain the variations of its velocity.

Introduction

Le laboratoire de viscosité du LNE fournit des huiles de référence, et étalonne des viscosimètres à tube capillaire de toutes natures pour assurer le raccordement aux étalons nationaux. Il développe des moyens matériels et des procédures qui lui permettent de matérialiser l'échelle nationale de viscosité [1]. La mise en place de cette échelle s'effectue au moyen de différents fluides Newtoniens et de différents viscosimètres capillaires. L'étalon de viscosité reconnu internationalement est la viscosité de l'eau à 20 °C et à la pression atmosphérique (0,101325 MPa) [2] :

$$\eta = 1{,}0016 \pm 0{,}0017 \ \text{mPa.s}$$
$$\nu = 1{,}0034 \pm 0{,}0017 \ \text{mm}^2.\text{s}^{-1} \qquad (1)$$

où η est la viscosité dynamique (Pa.s) et ν la viscosité cinématique ($mm^2.s^{-1}$).
Cette valeur est issue des travaux de Swinguells, Code et Godfrain [3]. Les capillaires utilisés pour matérialiser l'échelle et mesurer la viscosité des fluides sont des viscosimètres de type Ubbelohde à niveau suspendu.
La matérialisation de l'échelle nationale de viscosité repose donc sur la viscosité cinématique de l'eau bidistillée à 20 °C. A partir de cette mesure matérialisée, et en utilisant des viscosimètres et des fluides différents, on construit pas à pas l'échelle par extrapolations successives : procédure dite de "step-up" [1].
Certains viscosimètres, appelés primaires, sont étalonnés à l'aide de l'eau bidistillée à 20 °C puis utilisés pour l'étalonnage d'huiles de faibles viscosités. Des viscosimètres dits de référence et de travail sont ensuite raccordés de proche en proche par comparaisons et extrapolations successives.

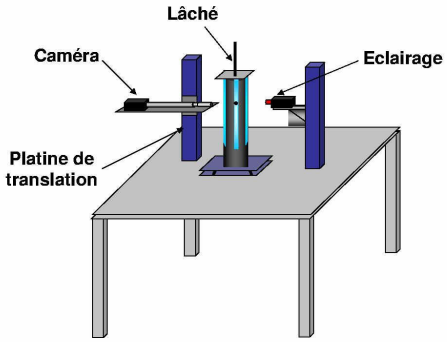
Le principal inconvénient de la viscosimétrie capillaire, est par conséquent l'augmentation de l'incertitude à chaque étape de la procédure. Cette méthode comparative repose donc sur la viscosité de l'eau qui est elle-même une valeur soumise à des incertitudes [4], et contestée par une partie de la communauté scientifique.

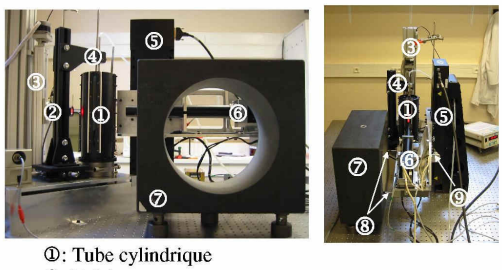
Nous avons donc décidé de développer un viscosimètre absolu à chute de bille permettant d'une part de couvrir une large étendue de mesure de viscosité, mais aussi d'assurer la traçabilité aux grandeurs de base du Système International.

La théorie de Stokes constitue la base théorique du problème. Elle est valable à très petits nombres de Reynolds, en régime permanent et en milieu infini.
La vitesse de chute de la bille est alors inversement proportionnelle à la viscosité, et est donnée par l'expression,

$$\eta = \frac{d^2}{18U_\infty}(\rho_b - \rho)g \qquad (2)$$

où η est la viscosité dynamique du fluide (Pa.s) ; d, le diamètre de la bille (m) ; U_∞, la vitesse limite de la bille ($m.s^{-1}$) ; ρ_b, la densité de la bille ($kg.m^{-3}$) ; ρ, la densité du fluide ($kg.m^{-3}$) ; g, l'accélération de la pesanteur ($m.s^{-2}$).





①: Tube cylindrique
②: Eclairage
③: Platine de translation permettant de déplacer l'éclairage
④: Dispositif de lâché de bille
⑤: Platine de translation permettant de piloter la caméra
⑥: Caméra
⑦: Bloc de granit
⑧: Palpeurs
⑨: Niveaux électroniques

Figure. 1. Banc expérimental

Néanmoins, cette équation n'est valable que lorsque la vitesse limite est atteinte, et pour une sphère chutant dans un milieu infini sans effets d'inertie [5]. C'est pourquoi un certain nombre de corrections doivent être appliquées à la vitesse U_∞ d'une bille chutant dans un tube cylindrique de diamètre D rempli d'huile. On distingue donc les corrections dues aux effets d'inertie, celles dues aux effets de bord et enfin celles dues aux effets de bout.

Les effets de bout seront négligés en considérant que la mesure de viscosité s'effectue à une distance suffisamment grande de l'extrémité du tube pour ne pas les prendre en compte. En ce qui concerne les effets de bord et d'inertie nous utiliserons le coefficient de Faxen K_{pRe} [6] dans lequel intervient à la fois l'influence du nombre de Reynolds, celle du diamètre de la bille et celle du diamètre du tube (D) dans lequel chute la bille. De plus, pour tenir compte de la variation de viscosité de l'huile due à la variation de température durant l'expérience, nous rajoutons le terme $\Delta\eta(T)\Delta T$, où ΔT est l'évolution de la température de l'huile dans le tube (°C) et $\Delta\eta(T)$ représente le coefficient de température de l'huile (Pa.s.°C^{-1}). L'expression de la viscosité dynamique est donc,

$$\eta = \frac{d^2}{18U_\infty}(\rho_b - \rho)g\left[1 - \frac{3}{16}Re - \frac{d}{D}f\left(\frac{Re/4}{d/D}\right) + 2{,}09\left(\frac{d}{D}\right)^3 - 0{,}95\left(\frac{d}{D}\right)^5\right] + \Delta\eta(T)\Delta T \qquad (3)$$

où la fonction f prend les valeurs :

f(0)=2,104 f(0,5)=1,76 f(1)=1,48
f(2)=1,04 f(5)=0,46

En interpolant ces points, on obtient pour $0 < \frac{Re/4}{d/D} < 5$:

$$f\left(\frac{Re/4}{d/D}\right) = 2{,}104 - 0{,}768\left(\frac{Re/4}{d/D}\right) + 0{,}178\left(\frac{Re/4}{d/D}\right)^2 - 0{,}038\left(\frac{Re/4}{d/D}\right)^3 + 0{,}004\left(\frac{Re/4}{d/D}\right)^4$$

et Re est le nombre de Reynolds basé sur le diamètre de la bille :

$$Re = \frac{\rho U_\infty d}{\eta} \qquad (4)$$

Cet article présente le banc expérimental de mesure de viscosité du LNE. Des mesures ont été effectuées sur toute l'échelle de viscosité et sont comparées, avec leurs incertitudes, à celles obtenues par viscosimétrie capillaire.

Banc expérimental

La mesure de viscosité dynamique repose donc sur la mesure de la vitesse de chute de la bille. Pour cela la bille est lâchée en haut du tube. Sa vitesse augmente jusqu'à atteindre une vitesse limite que l'on mesure à l'aide d'une caméra CCD linéaire montée sur une platine de translation qui suit la bille tout au long de sa chute. Cette technique

Tableau. 1. Paramètres (Huile D10)

	Valeur	Incertitude-type
d (m)	$7{,}00206.10^{-3}$	$0{,}402693.10^{-6}$
D (m)	$99{,}61.10^{-3}$	$82{,}98192.10^{-6}$
g ($m.s^{-2}$)	9,81	5.10^{-8}
ρ ($kg.m^{-3}$)	888,55	0,9
ρ_b ($kg.m^{-3}$)	7696,95	1,32209338
U_∞ ($m.s^{-1}$)	$5{,}265.10^{-3}$	$0{,}0052499.10^{-3}$
$\Delta\eta(T)$ ($Pa.s.°C^{-1}$)	-1,783139	0,00675
ΔT (°C)	0	0,005731854
$f\left(\frac{Re/4}{d/D}\right)$	2,101	$6{,}4099.10^{-15}$

Tableau. 2. Résultats obtenus par la loi de propagation des incertitudes et par la simulation numérique de Monte-Carlo

Monte Carlo (95 %) (Pa.s)	Propagation des variances (k=2) (Pa.s)
$u(\eta) = 0{,}0320780639$	$u(\eta) = 0{,}0321780718$
$I = [29{,}4053657982 \ ; \ 29{,}5328244963]$	$U(\eta) = 0{,}06435614$
	$I = [29{,}4047 \ ; \ 29{,}53341]$

nous permet de suivre l'évolution de la vitesse de la bille le long du tube et d'observer sa trajectoire.

La figure 1 présente le banc expérimental de mesure de viscosité [7]. La caméra utilisée est une caméra provenant de la Société Lord Ingenierie (Corbreuse, France) associée à une carte d'acquisition vidéo National Instruments (PXI 1422) (Le Blanc-Mesnil). Elle dispose d'un capteur linéaire CCD de 5150 pixels et d'une fréquence ligne allant jusqu'à 3,7 kHz.

Afin d'exploiter les possibilités de la caméra, on utilise un objectif télécentrique muni d'une bague allonge qui possède un grossissement x10 (Silloptics, Wendelstein, Allemagne). Une LED rouge, munie d'un condenseur, face à la caméra nous permet d'obtenir un éclairage parallèle et ombroscopique de la bille, et donc de l'observer avec des bords bien contrastés.

Le tube en aluminium, contenant l'huile, a été traité afin de le rendre mate et de réduire les réflexions de lumière parasites. Quatre ouvertures ont été découpées face aux caméras et aux éclairages afin d'y placer des lamelles de verre planes permettant de réduire les déformations optiques qu'aurait engendré un tube en verre cylindrique classique.

La caméra doit se déplacer le long du tube afin de suivre la bille. Pour cela nous utilisons une platine Micro-contrôle (Evry, France) munie d'un moteur à courant continu. Par contre, elle engendre des erreurs de positionnement dues aux angles de tangage, roulis et lacet que nous mesurerons avec des palpeurs face à un bloc de granit et des niveaux électroniques.

Les billes utilisées doivent être choisies de manière à garder des nombres de Reynolds très faibles. Les essais seront effectués avec des billes en céramique, an acier, tungstène…

Pour maintenir la bille dans l'huile et la lâcher au centre du tube avec une vitesse nulle, nous avons mis au point un dispositif de lâché par aspiration. Cette méthode nous permet ainsi d'utiliser n'importe quels matériaux de bille pour effectuer les essais, contrairement à un électro-aimant. Un dispositif nous permet ensuite de positionner la bille avec précision au centre du tube.

Enfin, la température est contrôlée à l'aide d'une sonde de platine 25 Ohms.

Incertitudes de mesure

La caractérisation du banc a été effectuée en utilisant deux méthodes de calcul d'incertitudes distinctes décrites par le GUM [8]. Dans un premier temps nous avons utilisé la loi de propagation des incertitudes. Cette loi étant fondée sur le développement en série de Taylor de la fonction η (Equation 3) au premier ordre et en supposant que η est linéaire, nous avons comparé les résultats obtenus à ceux calculés par la simulation numérique de Monte Carlo pour un intervalle de confiance de 95 % [9].

A partir des paramètres listés dans la tableau 1, le tableau 2 présente les résultats obtenus par les deux méthodes de calcul d'incertitudes pour la mesure de viscosité d'une huile D10 à 21,680 °C. On constate que la différence entre les deux intervalles de confiance (I) obtenus est très faible et que l'intervalle calculé par simulation numérique est inclus dans celui de la propagation des incertitudes. De plus, si l'on prend 2 chiffres significatifs, l'incertitude-type de mesure est la même dans les deux cas. Ces résultats sont donc tout à fait en accord l'un par rapport à l'autre et l'on peut considérer que les résultats donnés par la simulation numérique de Monte Carlo valident la loi de propagation des incertitudes.

On obtient alors :

$$\eta = 29{,}469 \pm 0{,}065 \quad \text{Pa.s} \quad (k = 2)$$

$$Re = 0{,}001$$

$$\text{à} \quad T = 21{,}680°C$$

(k : facteur d'élargissement)

Tableau. 3. Paramètres (Huile 350)

	Valeur	Incertitude-type
d (m)	$1{,}9999.10^{-3}$	$0{,}4.10^{-6}$
D (m)	$99{,}61.10^{-3}$	$82{,}98192.10^{-6}$
g ($m.s^{-2}$)	9,81	5.10^{-8}
ρ ($kg.m^{-3}$)	885,6	0,9
ρ_b ($kg.m^{-3}$)	3968,00	2,56
U_∞ ($m.s^{-1}$)	$7{,}828.10^{-3}$	$0{,}00997.10^{-3}$
Δη(T) (Pa.s.°C^{-1})	-0,07003196	0,000122
ΔT (°C)	0	0,005731854
$f\left(\frac{Re/4}{d/D}\right)$	1,950	$6{,}4099.10^{-15}$

Résultats

L'objectif de ce travail est de réduire les incertitudes de mesure obtenues par viscosimétrie capillaire. Nous allons donc comparer les résultats donnés par le viscosimètre à chute de bille avec ceux de la viscosimétrie capillaire. Pour cela, nous avons choisi trois huiles minérales (Huile 350, huile D10 et l'huile D30), qui nous permettent de couvrir deux décades de l'échelle de viscosité (1 à 100 Pa.s).

La viscosité de l'huile 350 à 21,684 °C est obtenue en mesurant la vitesse de chute d'une bille en céramique de 2 mm de diamètre (Tableau 3), celle de l'huile D10 avec une bille d'acier de 7 mm (Tableau 1) et enfin, pour l'huile D30, nous avons utilisé une bille de tungstène de 10 mm de diamètre (Tableau 4).

Les résultats sont récapitulés et comparés à la viscosimétrie capillaire sur la figure 2.
On constate tout d'abord que les résultats sont tout à fait en accord avec des écarts compris entre 0.1% pour l'huile D10 et 0.4% pour l'huile 350.

Tableau. 4. Paramètres (Huile D30)

	Valeur	Incertitude-type
d (m)	$10{,}00066.10^{-3}$	$0{,}4.10^{-6}$
D (m)	$99{,}61.10^{-3}$	$82{,}98192.10^{-6}$
g ($m.s^{-2}$)	9,81	5.10^{-8}
ρ ($kg.m^{-3}$)	896,9	0,9
ρ_b ($kg.m^{-3}$)	14967,6	1,8
U_∞ ($m.s^{-1}$)	$6{,}696.10^{-3}$	$0{,}006.10^{-3}$
Δη(T) (Pa.s.°C^{-1})	-11,0972216	0,0231
ΔT (°C)	0	0,005731854
$f\left(\frac{Re/4}{d/D}\right)$	2,103	$6{,}4099.10^{-15}$

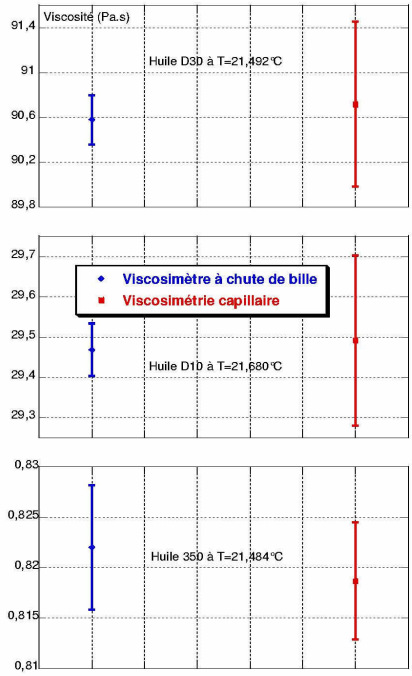


Figure. 2. Comparaison entre la viscosimétrie capillaire et le viscosimètre à chute de bille (k=2)

Les résultats obtenus montrent que le principe de mesure répond parfaitement à nos attentes. En effet, pour les fortes viscosités, le viscosimètre à chute de bille nous permet de réduire significativement les incertitudes données par la viscosimétrie capillaire en donnant une incertitude relative proche de 10^{-3}.

Références

[1] M. Megharfi, E. Devin and J.F. Moro, "La matérialisation de l'échelle de viscosité au BNM-LNE", Bulletin du bureau national de la métrologie, Vol. 106, pp. 47-59, 1996.

[2] "Viscosité de l'eau". ISO/TR 3666, 1998.

[3] J.F. Swindells, J.R. Code and T.B. Godfrey, "Absolute viscosity of water at 20 °C", Journal of Research of the National Bureau of Standard, Vol. 48, pp. 1, 1952.

[4] A.F. Collings and V. Bajenov, "A high precision capillary viscometer and further relative results for the viscosity of water", Metrologia, Vol. 66, pp. 61-66, 1983.

[5] R. Clift, J.R Grace. and M.E. Weber, Bubbles, drops and particles, New York / London : Academic Press, 1978.

[6] H. Faxen, "Die Bewegund einer starren Kugel längs der Achse eines mit zäher Flüssigkeit gefüllten Rohres", Arkiv för matematik, Astronomi och Fysic, Vol. 17, pp. 1-28 (1922).

[7] M. Brizard, M. Megharfi, E. Mahe and C. Verdier, "Design of a high precision falling-ball viscometer", Review of Scientific Instruments, Vol. 76, pp. 025109, 2005.

[8] Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM), NF ENV 13005, 1999.

[9] M. Brizard, M. Megharfi and C. Verdier, "Absolute falling-ball viscometer : Evaluation of measurement uncertainty", Soumis, 2005.

Résumé

L'augmentation de l'incertitude tout au long de l'échelle de viscosité étant le principal inconvénient de la viscosimétrie capillaire, un viscosimètre absolu à chute de bille a été développé, qui permet de couvrir une large gamme de viscosité tout en gardant une faible incertitude. La mesure de viscosité repose alors sur la mesure de la vitesse limite de chute de la bille. Un banc expérimental a été développé afin d'atteindre une incertitude relative de l'ordre de 10^{-3}. Il permet d'observer la trajectoire de la bille à l'intérieur d'un tube cylindrique rempli du liquide étudié et d'obtenir l'évolution de la vitesse. La caractérisation métrologique de ce banc expérimental est présentée en utilisant tout d'abord la loi de propagation des incertitudes et ensuite la simulation numérique de Monte-Carlo. Enfin, les mesures de viscosité et les incertitudes obtenues avec le viscosimètre à chute de bille sont confrontées à celles obtenues avec un viscosimètre capillaire.

Mots clefs : Chute de bille, Viscosimètre, Viscosité, Incertitudes, Caméra CCD, Propagation des incertitudes, Propagation des distributions, Monte-Carlo.

Summary

The increase in uncertainty throughout the viscosity scale being the principal disadvantage of capillary viscometry, an absolute falling-ball viscometer has been developed, making it possible to cover a wide range of viscosities while keeping a weak uncertainty. The measurement of viscosity of a liquid then rests on the terminal velocity measurement of a falling ball. An experimental bench was developed in order to reach a relative uncertainty of the order of 10^{-3}. The bench allows to observe the trajectory and to obtain the variations in velocity of the ball inside a cylindrical tube filled with liquid whose viscosity is to be measured. The metrological characterization of this experimental bench is first performed using the law of propagation of uncertainties and then by a numerical Monte Carlo simulation. Finally, the viscosity measurements and uncertainties obtained by the falling ball viscometer are compared with those obtained by a capillary viscometer.

Keywords : Falling-ball, Viscometer, Viscosity, Uncertainties, CCD camera, Propagation of uncertainties, Propagation of distributions, Monte-Carlo.