

Mesure de non-linéarités élastiques et dissipatives par interaction d'ondes acoustiques: Application à la quantification du micro-endommagement de l'os trabéculaire

Guillaume Renaud

Université François Rabelais de Tours
INSERM U930 - CNRS FRE2448

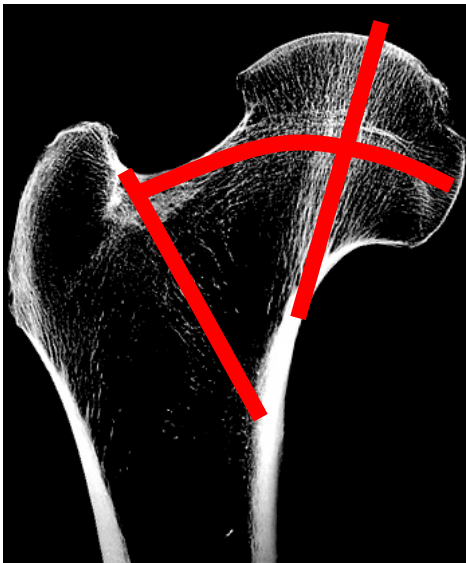
1^{er} octobre 2008

Plan de l'exposé

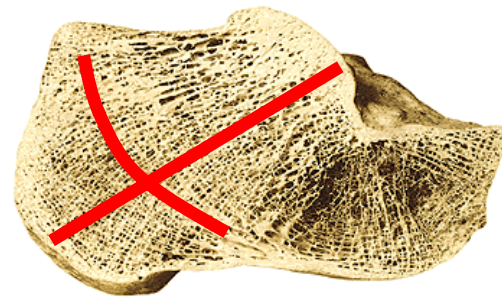
- 1 Contexte et motivations
 - Résistance osseuse et micro-endommagement
 - Non-linéarités acoustiques et micro-endommagement
- 2 Méthode de mesure acousto-élastique dynamique
 - Principe
 - Validation dans matériaux à non-linéarité classique
 - Mesures dans matériaux à non-linéarité non classique
- 3 Résultats in vitro dans l'os trabéculaire du calcaneum
 - Mesures localisées sur os entiers
 - Sensibilité de la méthode au niveau d'endommagement
- 4 Conclusions et perspectives

Le squelette, charpente vivante

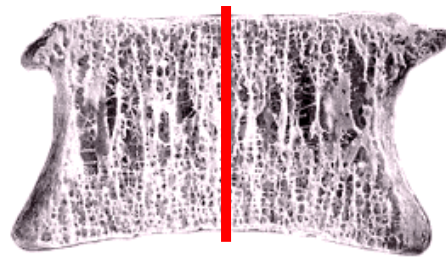
- **Os cortical** ou compact (porosité=5-20%)
- **Os trabéculaire** ou spongieux (porosité=70-98%)



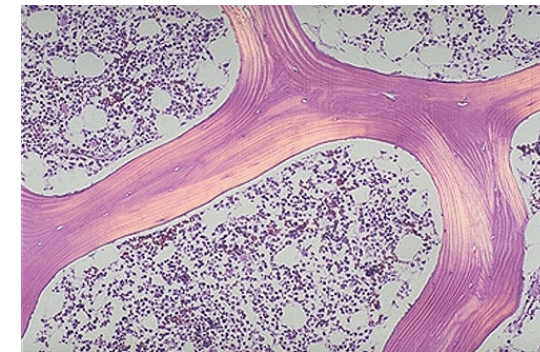
tête fémoral (Clint Rubin, internet)



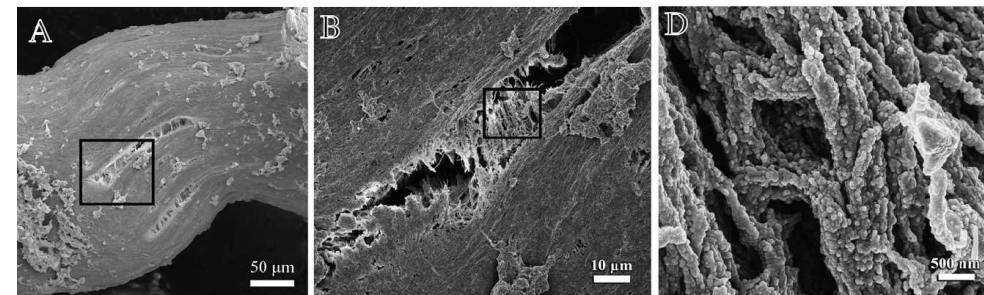
calcaneum (Putz R., Atlas d'anatomie)



vertèbre (internet)



structure lamellaire trabéculaire (internet)



structure composite du tissu osseux (Thurner EFM 2007)

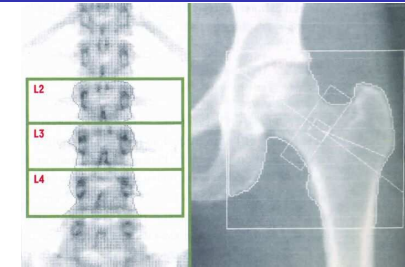
- structure poreuse constituée de travées inter-connectées
- adaptation aux sollicitations mécaniques
- réserve de minéraux (régulation de la calcémie)
- matériau composite multi-échelle (travées, lamelles, fibres collagène + cristaux)

La résistance mécanique osseuse

- Qu'est ce que la résistance osseuse ? Comment la quantifier ?
 - élasticité (module d'Young)
 - contrainte maximale et déformation correspondante
 - plasticité
 - ténacité
 - résistance à la fatigue
- Déterminants de la résistance mécanique osseuse :
 - porosité
 - architecture (anisotropie, morphologie travées,...)
 - propriétés mécaniques locales du tissu (composition, arrangement lamellaire, **micro-endommagement**)
 - sollicitation mécanique (amplitude, répétée, direction, vitesse)
 - site osseux

Diagnostic non-invasif de la résistance osseuse

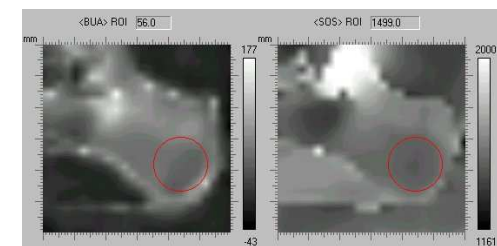
- détecter les prémices d'une pathologie osseuse (ostéoporose) : réponse à un problème reconnu de santé publique
 ⇒ **nécessité d'une évaluation multi-paramétrique de la résistance osseuse**
- appareils de diagnostic commercialisés :
 - DEXA : ostéodensitométrie à rayons X (Densité Minérale Osseuse en g/cm^2)
 - μCT : tomographie à rayons X (architecture, DMO en g/cm^3)
 - techniques ultrasonores linéaires (vitesse et atténuation)
- appareils de diagnostic en développement :
 - tomographie ultrasonore (pédiatrie), imagerie US linéaire du col du fémur
 - techniques ultrasonores non linéaires (**micro-endommagement**)



Images obtenues par DXA
(Roux M/S 2003)



mesure de vitesse de propagation et d'atténuation ultrasonore du calcaneum



images atténuation et vitesse ultrasonore du calcaneum en transmission transverse

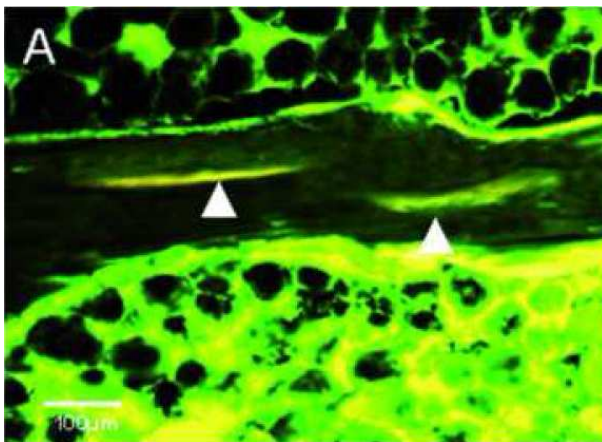
Les 4 formes du micro-endommagement osseux

Endommagement **multi-échelle** :

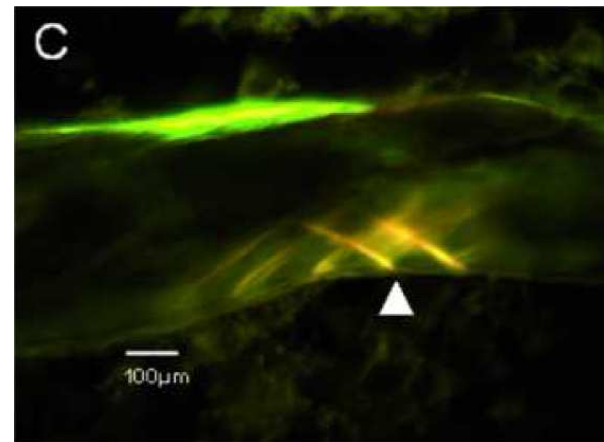
- endommagement diffus (fissures $< 1\mu m$)
- fissure linéique isolée (longueur $\approx 100\mu m$)
- fissures linéiques croisées
- micro-fracture travée



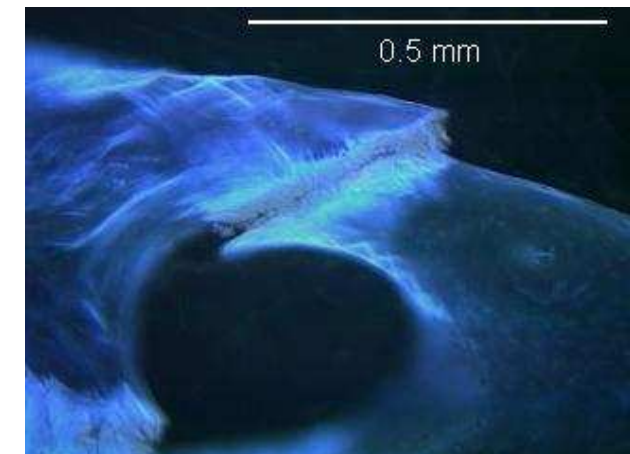
endommagement diffus trabéculaire (Fazzalari B 1998)



fissures linéiques isolées (Arlot JBMR 2008)



fissures linéiques croisées (Arlot JBMR 2008)



micro-fracture de travée (Gibson, internet)

- quantification fastidieuse (densité surfacique = $0.1 - 10 \text{ fissures}/\text{mm}^2$)
- CAUSES et CONSEQUENCES de l'accumulation d'endommagement ?? ?

Non-linéarités acoustiques élastiques et dissipatives

Non-linéarités acoustiques élastiques :

en acoustique linéaire : $\sigma = K \epsilon$, K est constant

Vitesse propagation acoustique $c = \sqrt{K/\rho}$

en acoustique non linéaire : **K n'est pas constant**

- **fluide et solide non-endommagé** : non-linéarité classique,
 $K = K_0(1 - \beta \epsilon)$
- **solide fissuré ou granulaire** : non-linéarité non classique (mésoscopique),
 $K = K_0(1 - \beta \epsilon - \delta \epsilon^2 + \dots + NC)$
 \implies non-linéarité élevée, hystérésis, effet mémoire (Guyer PT 1999)

Non-linéarités acoustiques dissipatives :

- **fluide ou solide non-endommagé** : néant ($p_{acoust} < 1MPa$, $L < 10cm$)
- **solide fissuré ou granulaire** : fermeture et ouverture des fissures ou contacts entre grains \implies modulation de l'atténuation acoustique

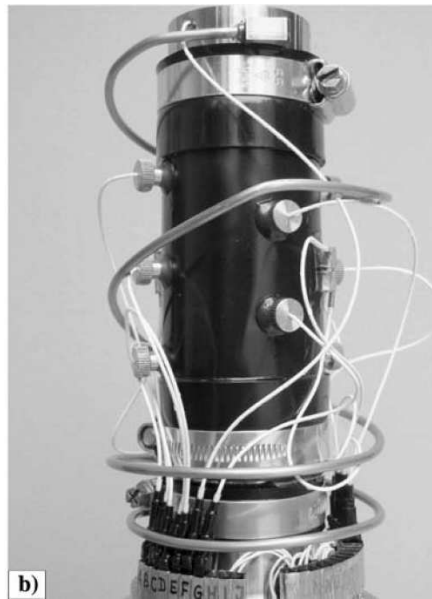
niveau d'endommagement $\nearrow \implies$ non-linéarités acoustiques \nearrow

Techniques de mesure des non-linéarités acoustiques

Méthodes développées pour l'étude des roches et le CND :

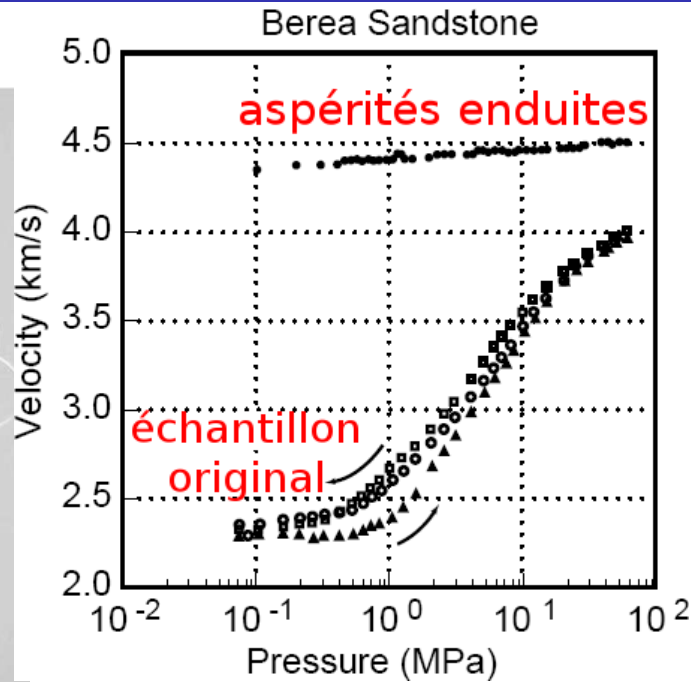
- génération d'harmoniques (Engan IEEE Symp. 2006, Renaud IJNM 2008)
- interaction entre 2 ondes acoustiques de fréquences différentes
([Donskoy ASA 1997](#), Callé UMB 2003, Ulrich APL 2007)
- résonance non linéaire (Muller JASA 2005 JB 2008)
- mesure acousto-élastique quasi-statique

Mesure acousto-élastique quasi-statique dans les roches

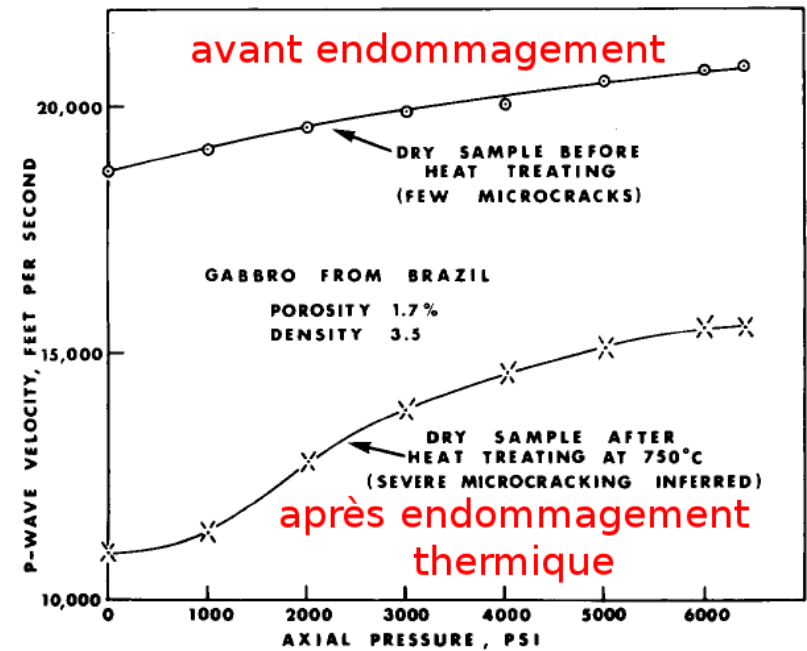


b)

(Stanchits PAG 2006)

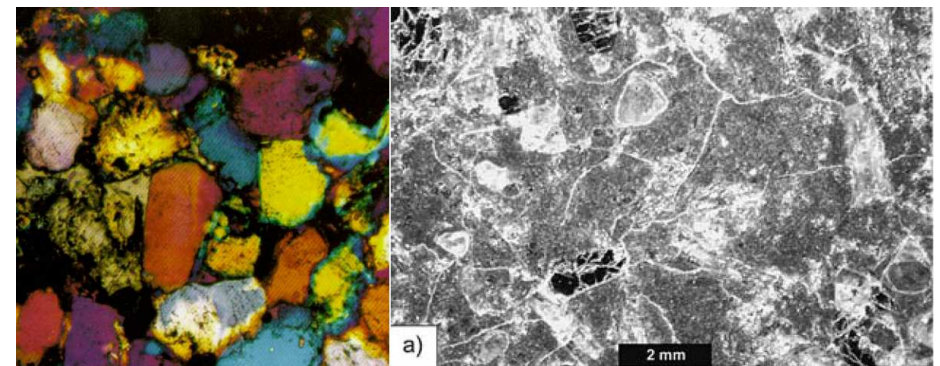


Vitesse de propagation des ondes de compression en fonction de la pression hydrostatique (Gist JASA 1994)



10000 feet/s = 3050 m/s et 1000 PSI = 6.9 MPa (Gardner G 1974)

- contrainte triaxiale ou uniaxiale
- compression ↗
 ⇒ vitesse propagation ↗
 ⇒ atténuation ↘



grès Berea (porosité ≈ 20%) (Guyer PT 1999) et basalte Etna (porosité ≈ 2%) (Stanchits PAG 2006)

Notre motivation :

Technique de mesure sans contact, capable d'imagerie, amplitudes acoustiques autorisées

⇒ **mesure acousto-élastique dynamique** proche de :

- mesure acousto-élastique quasi-statique
- Ichida *et al.* UI 1983 (interaction 2 ondes US perpendiculaires)

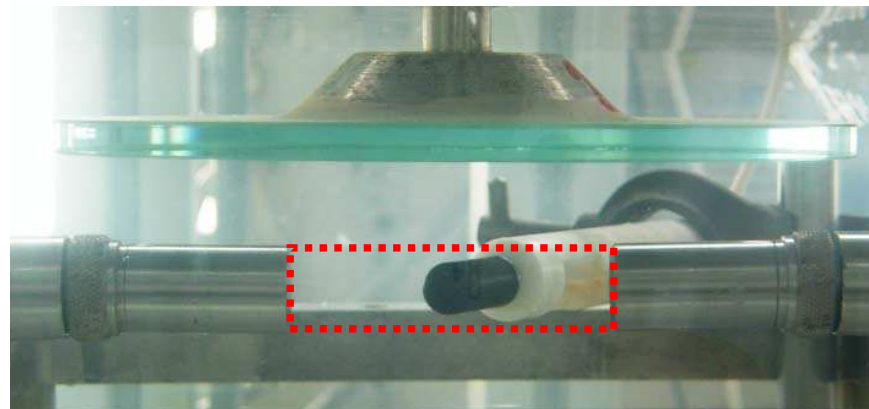
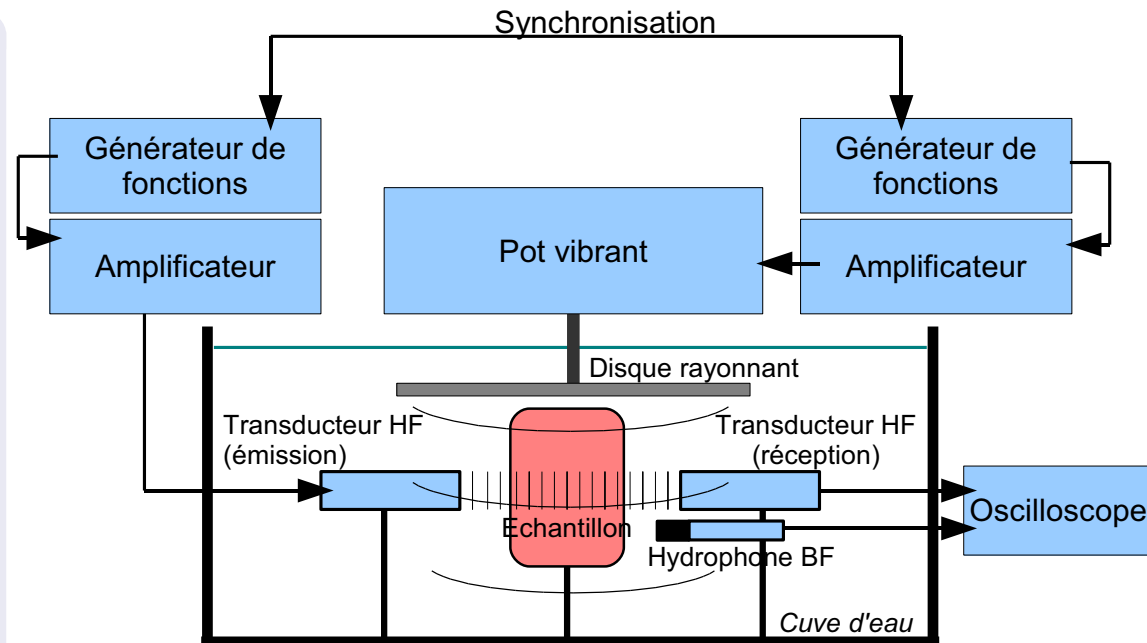


Schéma de principe

HF

Impulsions ultrasonores (onde sonde) :

- 0.5-5 MHz
- 10-900 kPa
- 1-4 périodes
- cadence tir = 10-50 kHz
- ≈ 10 impulsions/période BF



BF

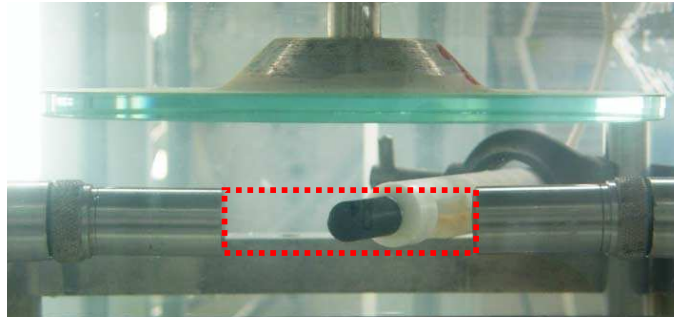
Onde acoustique basse-fréquence (onde pompe) :

- 2.5-6 kHz
- 1-60 kPa (cavitation)
- ≈ 100 périodes
- disque résonant diam. 14cm
- $\lambda_{BF} \approx 50\text{cm}$

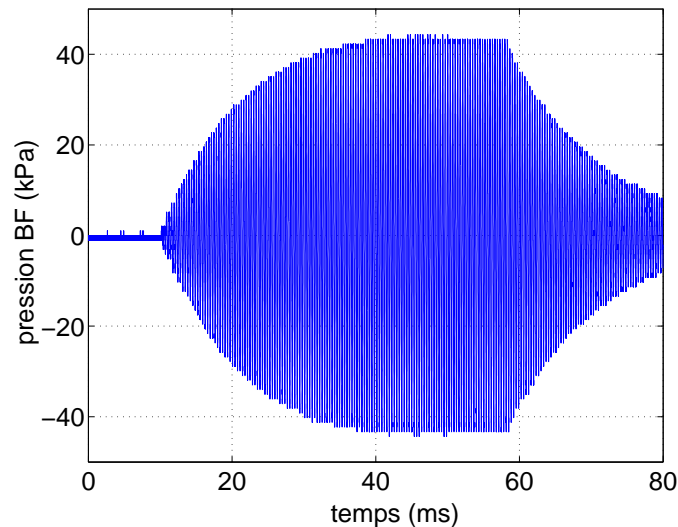
$$\left. \begin{array}{l} \lambda_{BF} \approx 10 \times \text{taille échantillon} \\ T_{BF} \approx 10 \times \text{temps de vol US (TOF)} \end{array} \right\} \Rightarrow$$

Variation **quasi-statique** de la pression **hydrostatique** dans la zone de mesure (compression et traction tri-axiales)

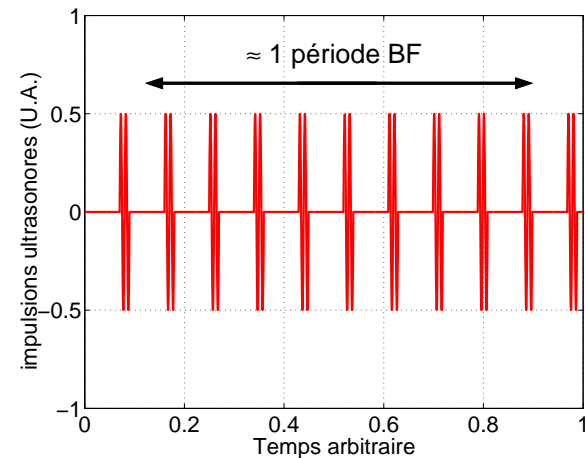
Acquisition des 2 signaux synchronisés (100 ms)



signal basse-fréquence (BF)
(150 périodes)



signal ultrasonore (US)
(1000 à 5000 impulsions)

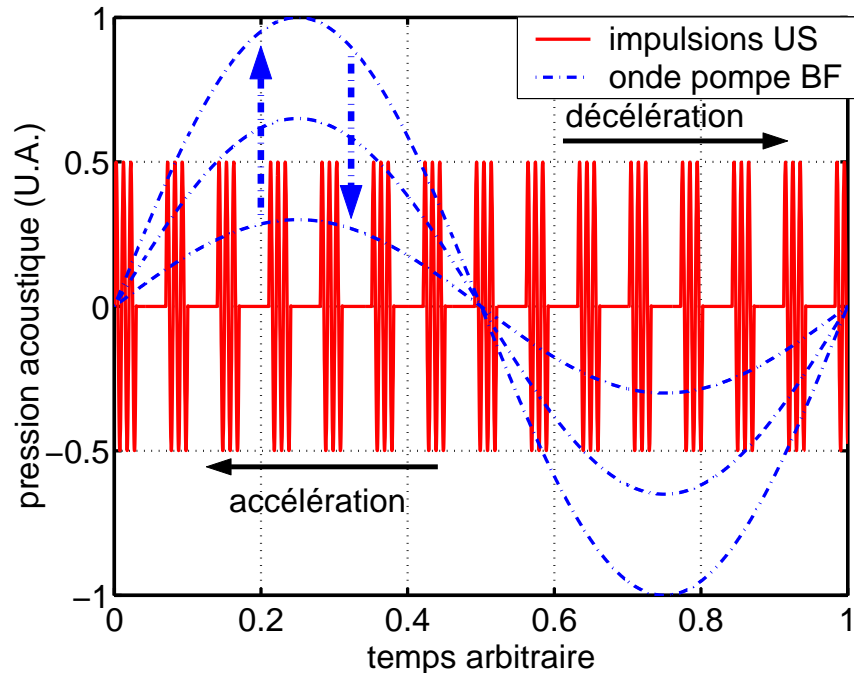


...mesuré par l'hydrophone BF

...mesuré par le transducteur US
récepteur

- 10 ms sans perturbation BF \implies impulsions US de référence

Modulation temps de vol, amplitude et énergie ultrasonore



$c = \sqrt{K/\rho}$ et $TOF = L/c$
 pour de petites variations :

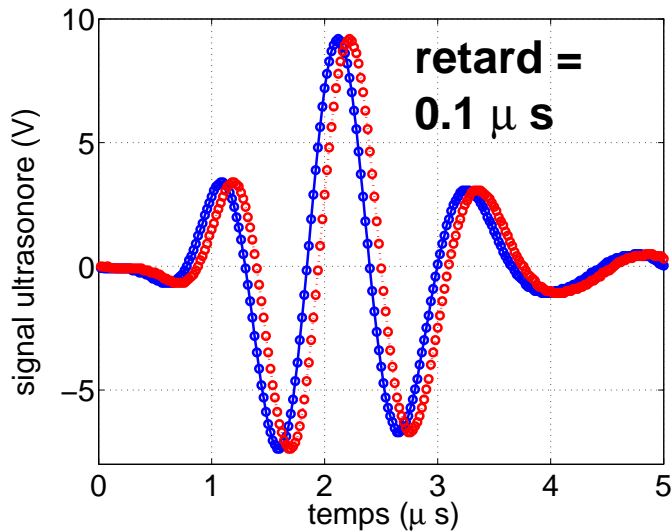
$$\frac{\delta c}{c_0} = -\frac{\delta TOF}{TOF_0} = \frac{\delta K}{2K_0} - \frac{\delta \rho}{2\rho_0}$$

$$\implies TOFM \approx -\frac{L}{2\rho_0 c_0^3} \delta K$$

- variation du temps de vol US : **TOFM** (« Time Of Flight Modulation ») \implies **non-linéarités élastiques**
- variation d'amplitude et d'énergie US : **RAM** et **REM** (« Relative Amplitude (Energy) Modulation ») \implies **non-linéarités dissipatives**

Extraction des non-linéarités élastiques et dissipatives

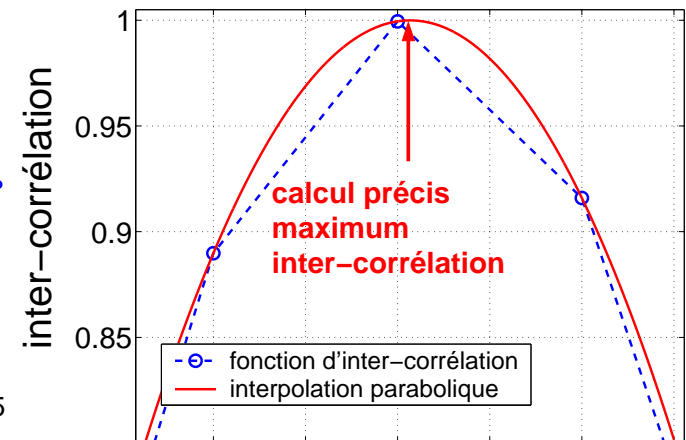
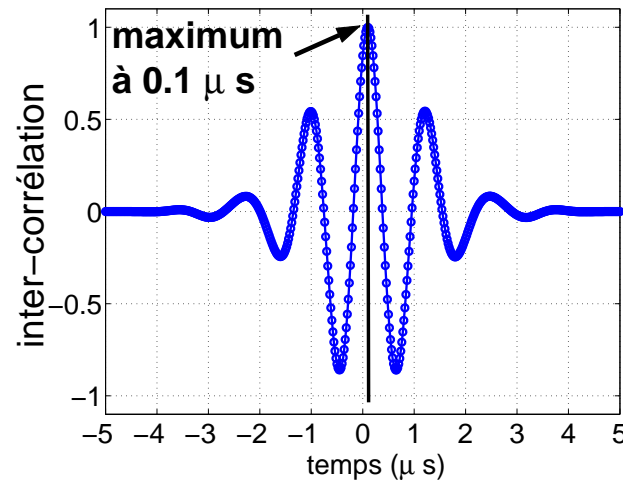
Inter-corrélation \Rightarrow



2 impulsions US décalées

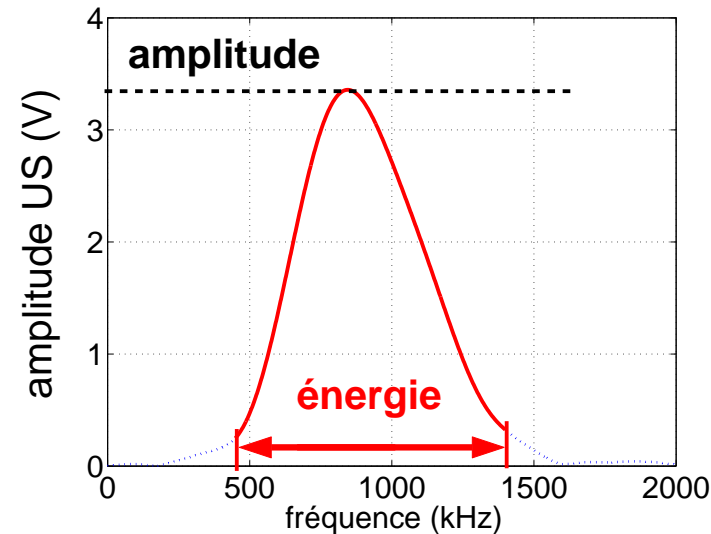
Transformée Fourier \Rightarrow

Non-linéarité élastique TOFM : $TOF(i) - TOF(1)$

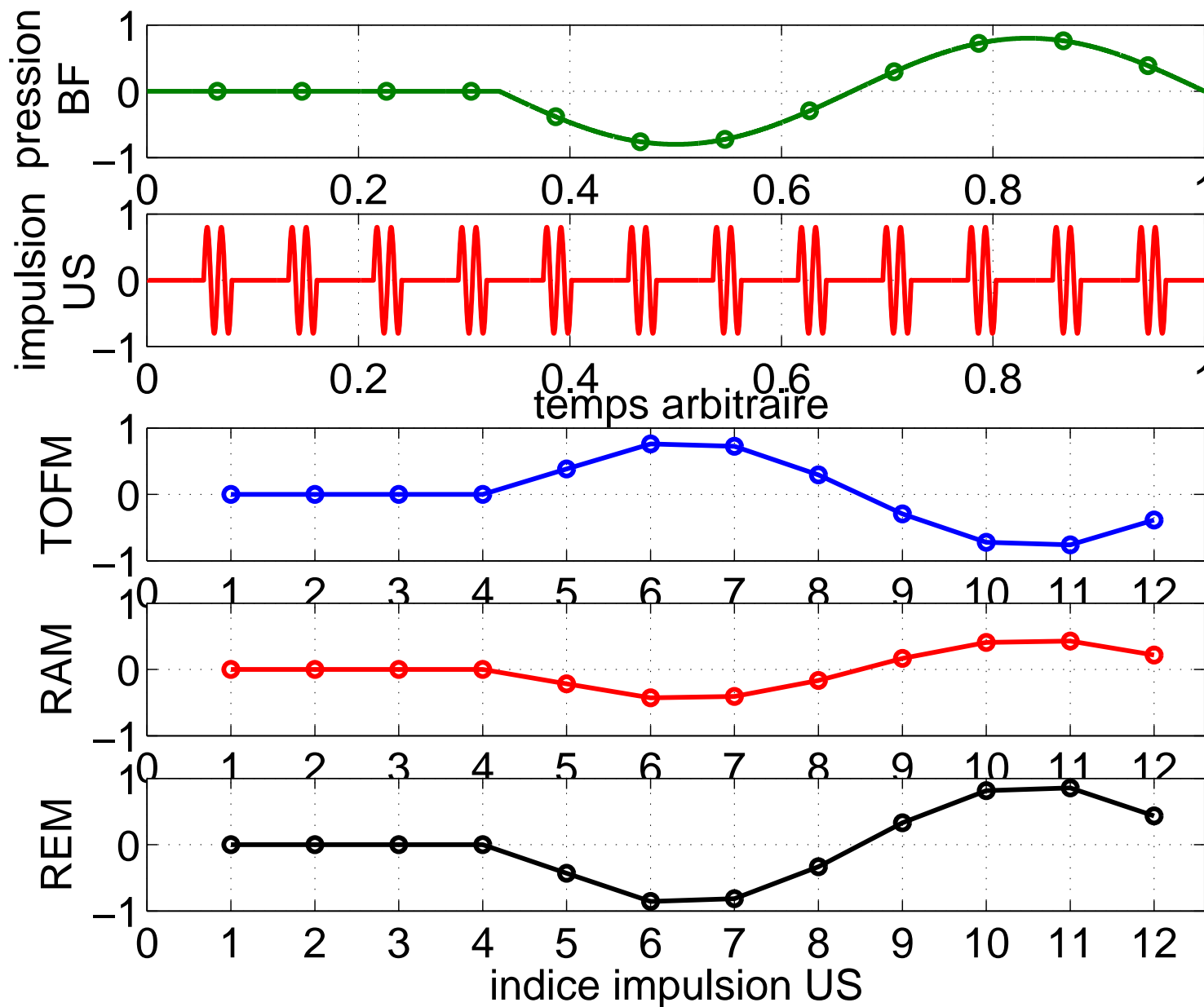


Non-linéarité dissipative

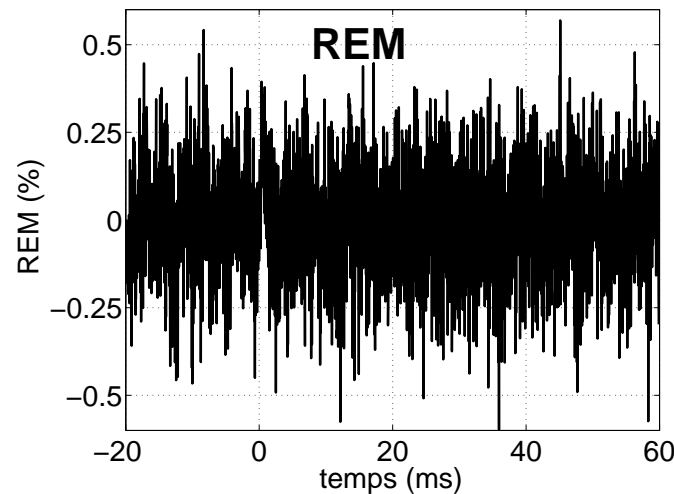
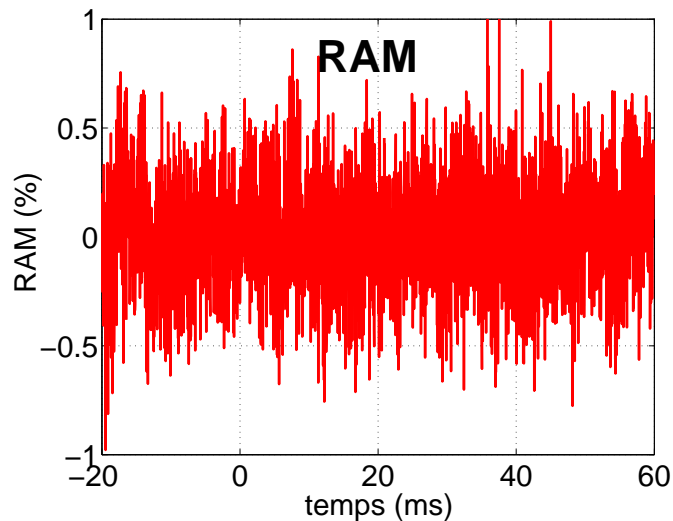
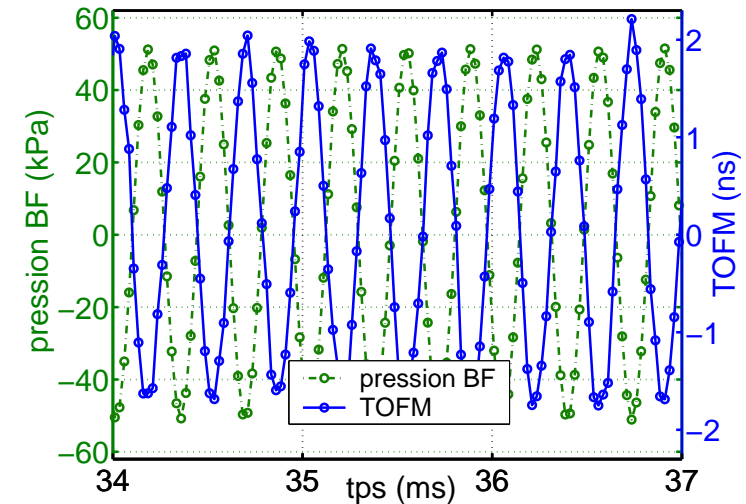
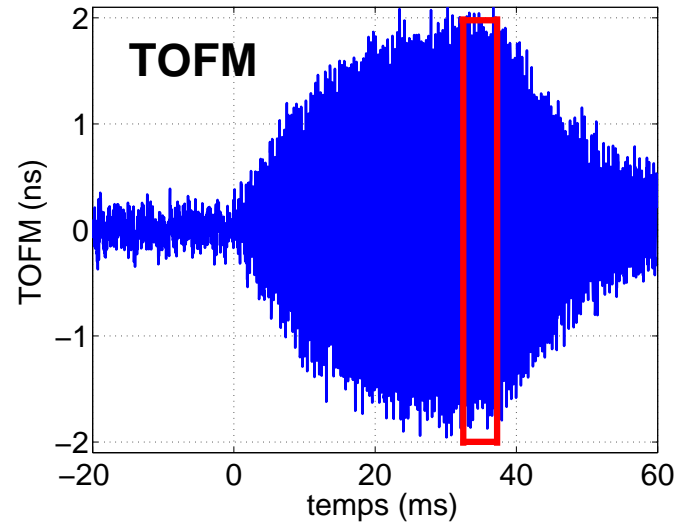
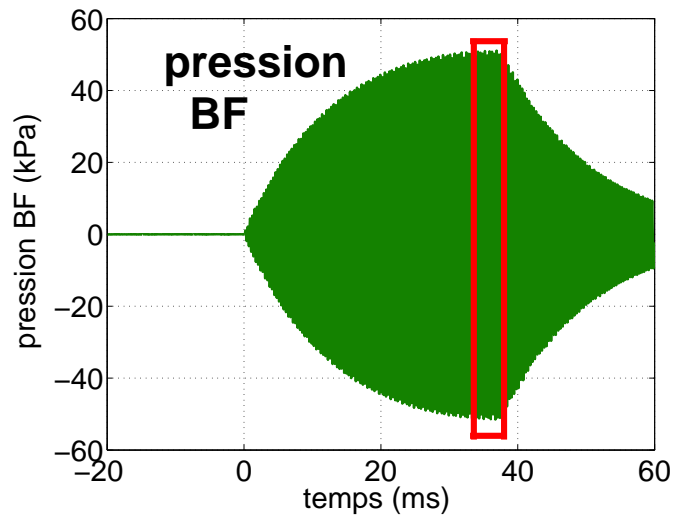
RAM : $[Ampl(i) - Ampl(1)] / Ampl(1) \times 100$



Extraction des non-linéarités élastiques et dissipatives



On mesure 4 variables en fonction du temps, cas de l'eau



- TOFM et pression BF en opposition de phase
- pas d'effets dissipatifs
- niveau bruit TOFM=0.1ns
- niveau bruit RAM et REM=0.1%

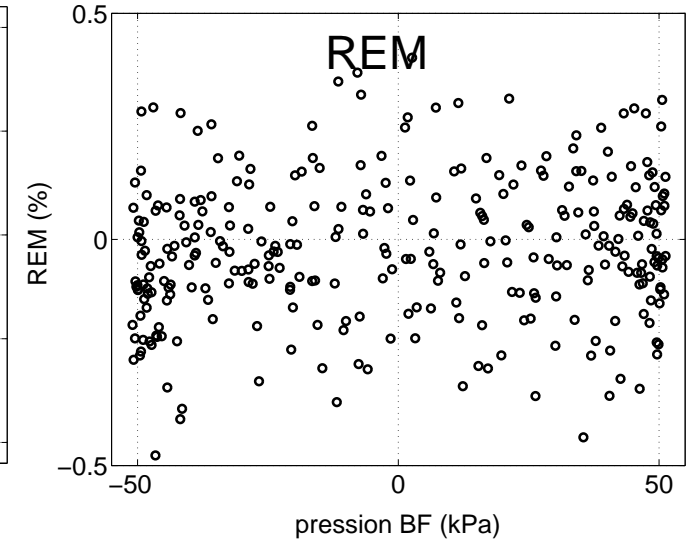
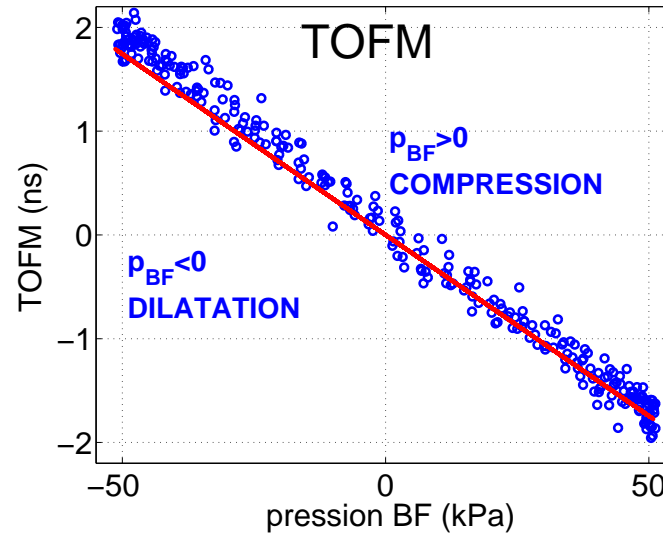
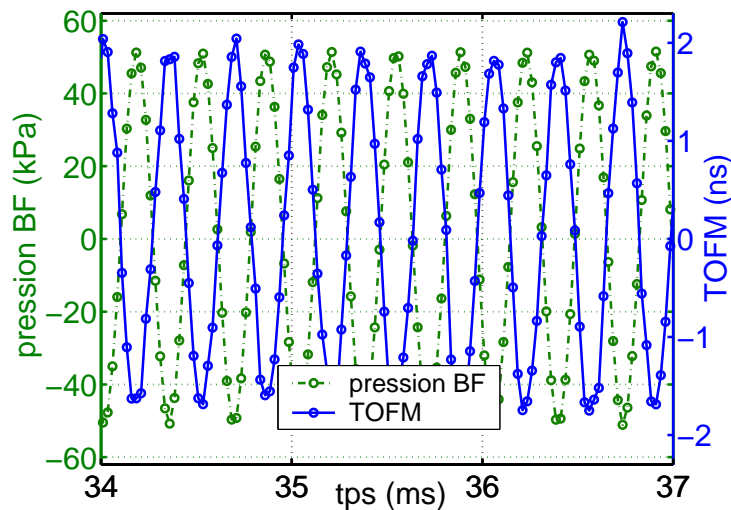
Analyses instantanée et fréquentielle

- 2 analyses possibles :**
- analyse instantanée
 - analyse fréquentielle

⇒ **illustration des analyses**

⇒ **validation de la méthode dans l'eau**

Analyse instantanée, cas de l'eau



- TOFM en opposition de phase avec pression BF : pente négative

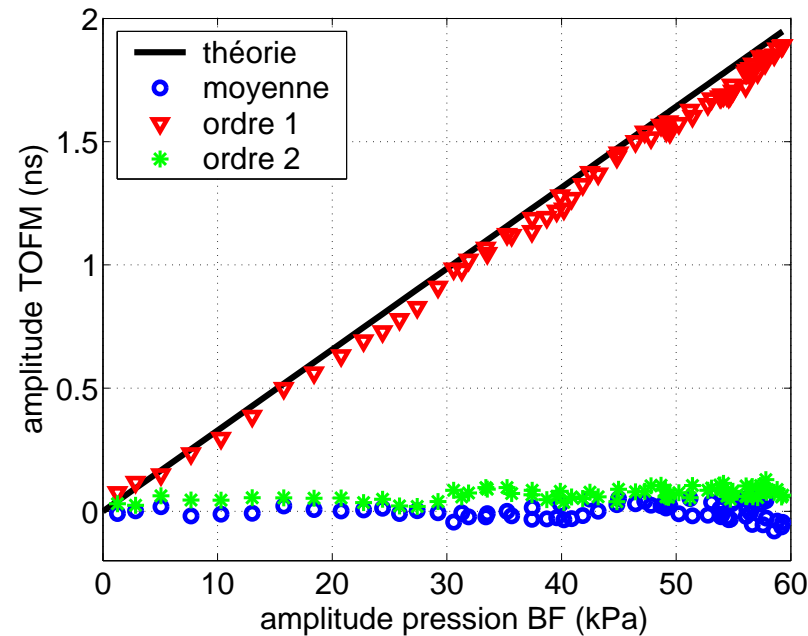
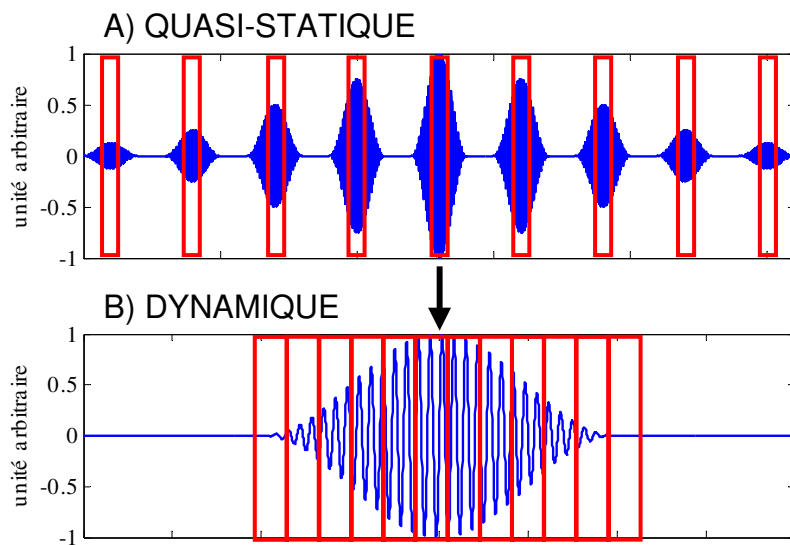
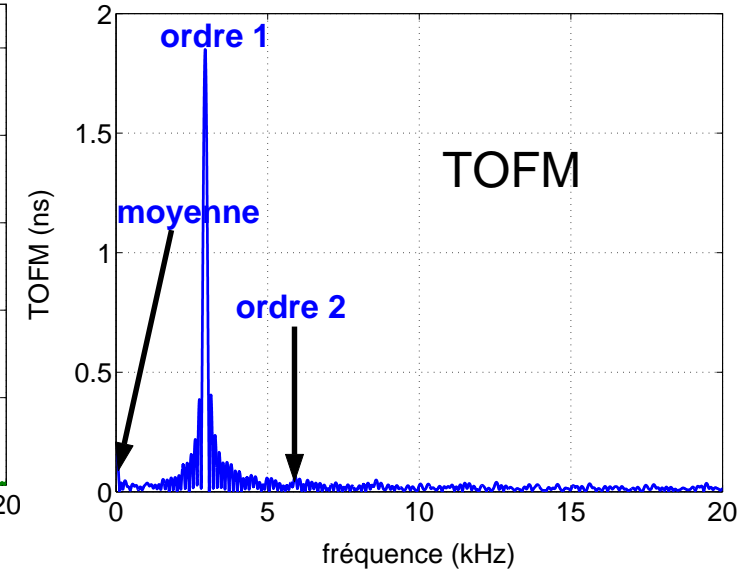
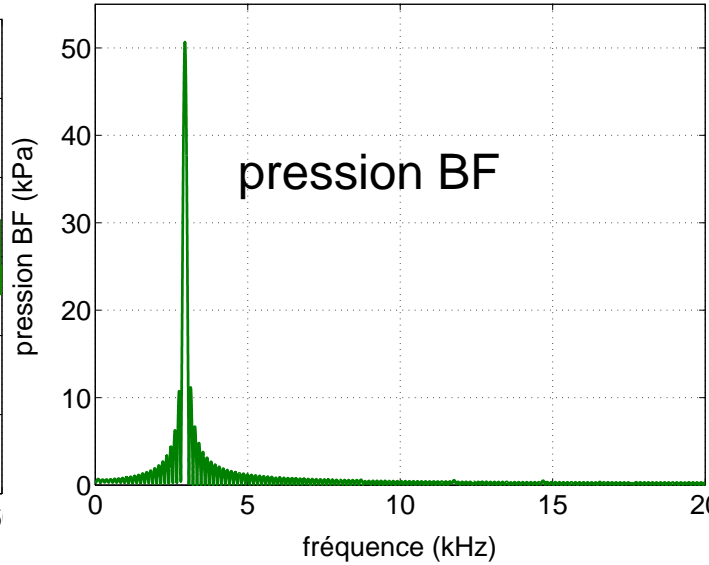
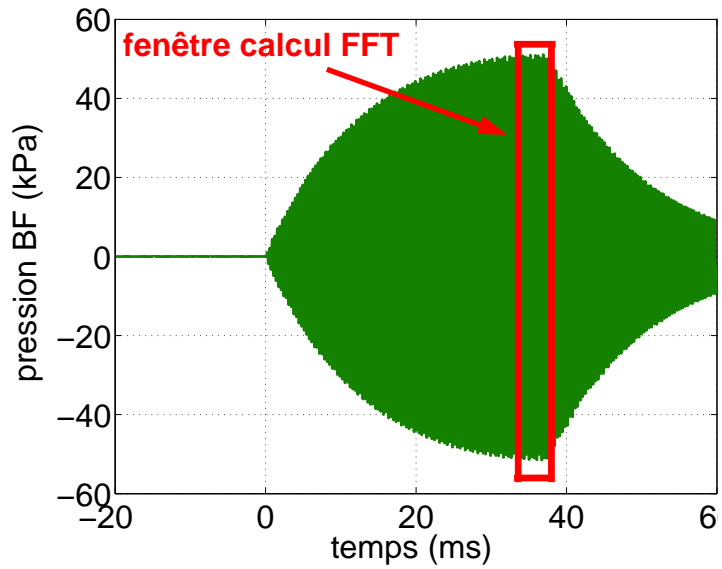
$$\implies TOFM = -\frac{L}{2\rho_0 c_0^3} \delta K, \text{ avec } \delta K = \beta p_{BF}$$

β : coefficient de non-linéarité élastique quadratique

On mesure $\beta_{eau} = 4.6 - 5.2$ (référence littérature 5 à 20°C)
 bonne reproductibilité : +/-2%, incertitude mesure : 6%

- RAM et REM : bruit

Analyse fréquentielle, cas de l'eau

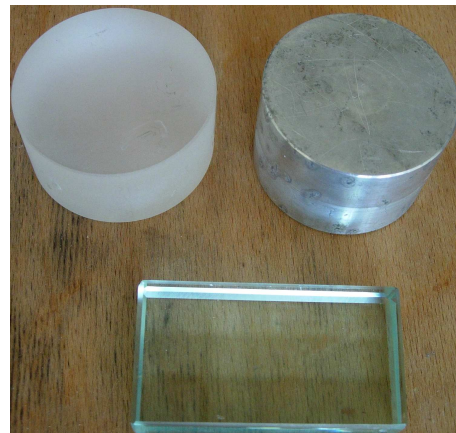
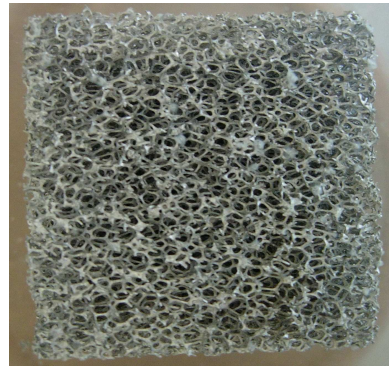
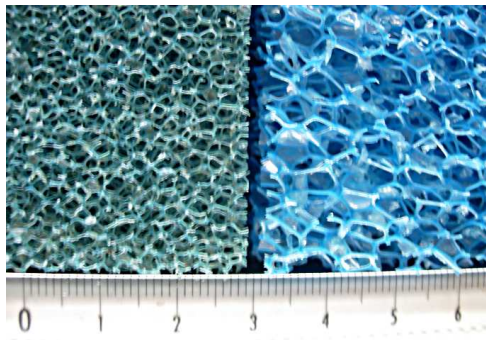


TOFM
 seulement à
 l'ordre 1

$$\langle TOFM \rangle = \frac{L}{2\rho_0 c_0^3} \beta \langle p_{BF} \rangle$$

Résultats expérimentaux dans des solides non endommagés

- validation pour échantillons solides non-poreux
- validation dans mousses à porosité connectée (95%)



$L = 50-70\text{mm}$
 $f_{US} = 0.5-2\text{MHz}$, $f_{BF} = 2.9\text{kHz}$
cadence tir US = 12-40kHz

Mesure du coefficient de non-linéarité β d'un échantillon en insertion : méthode par substitution

β_{eau} valeur stable \Rightarrow référence

1) Mesure dans l'eau, sans échantillon :

$$TOFM = -\frac{L}{2\rho_{eau}c_{eau}^3} \beta_{eau} pBF$$

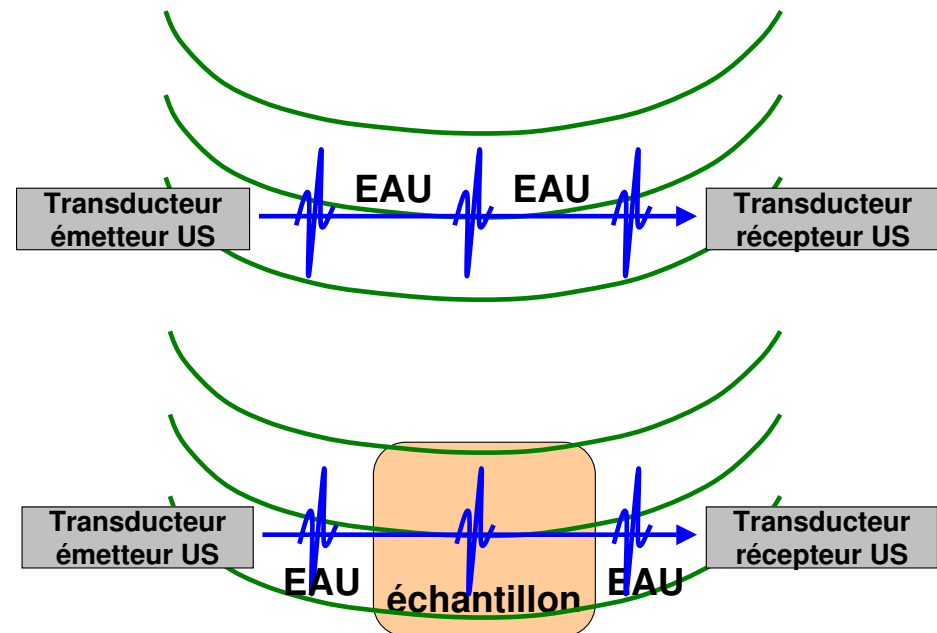
2) Mesure avec échantillon de longueur L_{ech} :

$$TOFM = TOFM_{eau} + TOFM_{ech} = -\left(\frac{(L-L_{ech})}{2\rho_{eau}c_{eau}^3} \beta_{eau} pBF + \frac{L_{ech}}{2\rho_{ech}c_{ech}^3} \beta_{ech} pBF T_{eau/ech} \right)$$

$T_{eau/ech}$: coefficient de transmission en pression acoustique

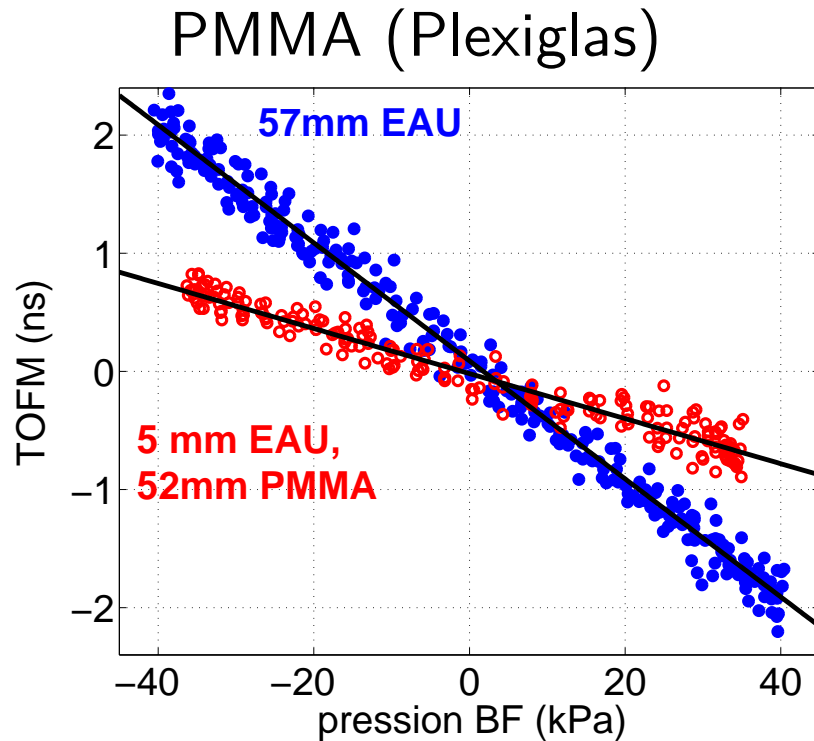
$$\Rightarrow \beta_{ech} = \frac{\beta_{eau}^{référence}}{T_{eau/ech}} \frac{L}{L_{ech}} \times \frac{\rho_{ech} c_{ech}^3}{\rho_{eau} c_{eau}^3} \times \left(\frac{\frac{\partial TOFM}{\partial pBF} \Big|_{AVEC\ ech}}{\frac{\partial TOFM}{\partial pBF} \Big|_{SANS\ ech}} - \frac{L-L_{ech}}{L} \right)$$

incertitude mesure :
 $\pm 10 - 15\%$



Effets acoustiques non linéaires élastiques

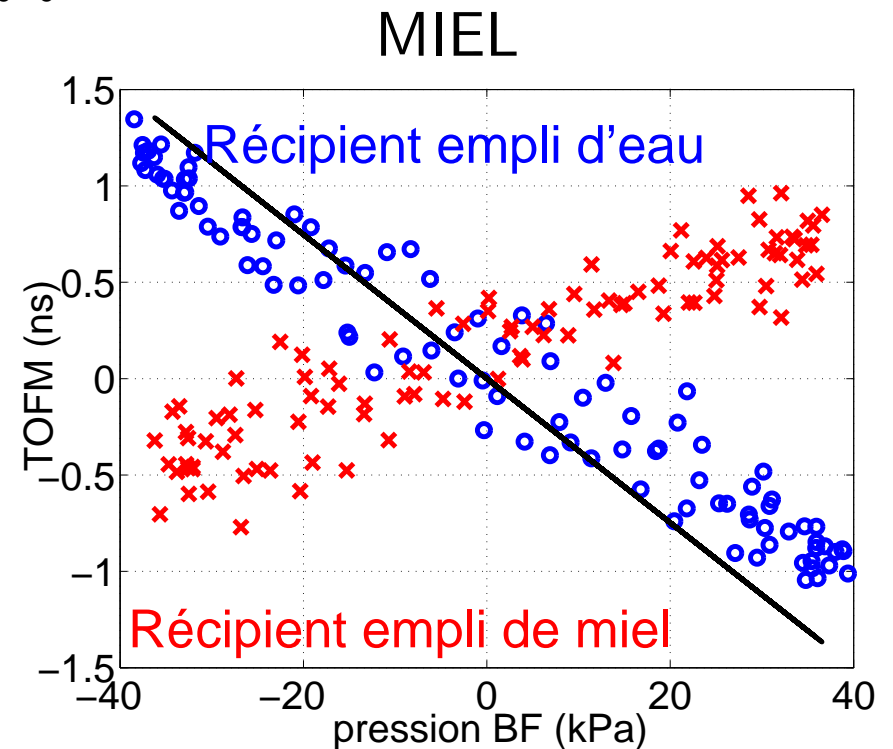
$$TOFM = -\frac{L}{2\rho_0 c_0^3} \beta p_{BF}$$



PMMA : $\beta = 11 \pm 0.4$

SILICONE : $\beta = 15.5 \pm 1$

MOUSSES : $\beta = 4 \pm 1$



MIEL : $\beta = -18 \pm 1$

SILICE : $\beta = -16 \pm 1$

Pas d'effets acoustiques non linéaires dissipatifs

Viscosité non linéaire : origine physique possible du signe de β

modèle rhéologique Kelvin-Voigt (mouvement dynamique sinusoïdal) :

$$\sigma = K\epsilon + \eta\dot{\epsilon} = (K + i\omega\eta)\epsilon$$

$\dot{\epsilon}$: vitesse de déformation

η : viscosité dynamique (Pa.s)

\Rightarrow viscosité non linéaire quadratique : $\eta = \eta_0(1 + \beta_\eta\dot{\epsilon})$ (Wilhelm RA 1998)

$\beta_\eta < 0$: rhéo-fluidifiant, $\beta_\eta > 0$: rhéo-épaississant

$$K + i\omega\eta = \underbrace{K_0(1 - \beta\epsilon)}_{\text{élasticité NL}} + \underbrace{i\omega\eta_0(1 + \beta_\eta\dot{\epsilon})}_{\text{viscosité NL}} = K_0(1 - \beta_{VE}\epsilon) + i\omega\eta_0$$

paramètre de non-linéarité quadratique visco-élastique : $\beta_{VE} = \beta + \frac{\eta_0\beta_\eta\omega^2}{K_0}$

viscosité non linéaire observée dans produits alimentaires (rhéo-fluidifiants, Steele D 2003) et dans le verre de silice (Shen JNCS 2003)

Matériaux à non-linéarité acoustique classique

matériau	K (GPa)	élasticité NL (TOFM)	dissipation NL (REM)	asymétrie Traction-Compression hystérésis (TOFM ou REM)
eau	2.2	$\beta = 4.6-5.2$ $[\beta_{litt} = 5]$	non	non
PMMA	9	$\beta = 11$ $[\beta_{litt} = 12 - 15]$	non	non
mousses	2.3	$\beta = 4$	non	non
miel	8	$\beta = -18$	non	non
silice	90	$\beta = -16$ $[\beta_{litt} = -7; -13]$	non	??
silicone non-fissuré	1	$\beta = 15.5$	non	non

$$\implies (\Delta c)/c_0 = 0.01 - 0.1\%$$

Limite pour solide très dense et rigide (aluminium, acier) :

- modifie le champ de pression BF \implies méthode insertion-substitution biaisée
- effets non linéaires élastiques très faibles (TOFM < 0.1ns)

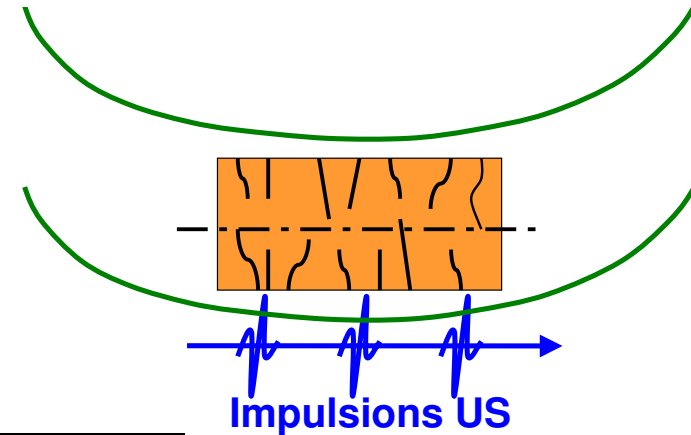
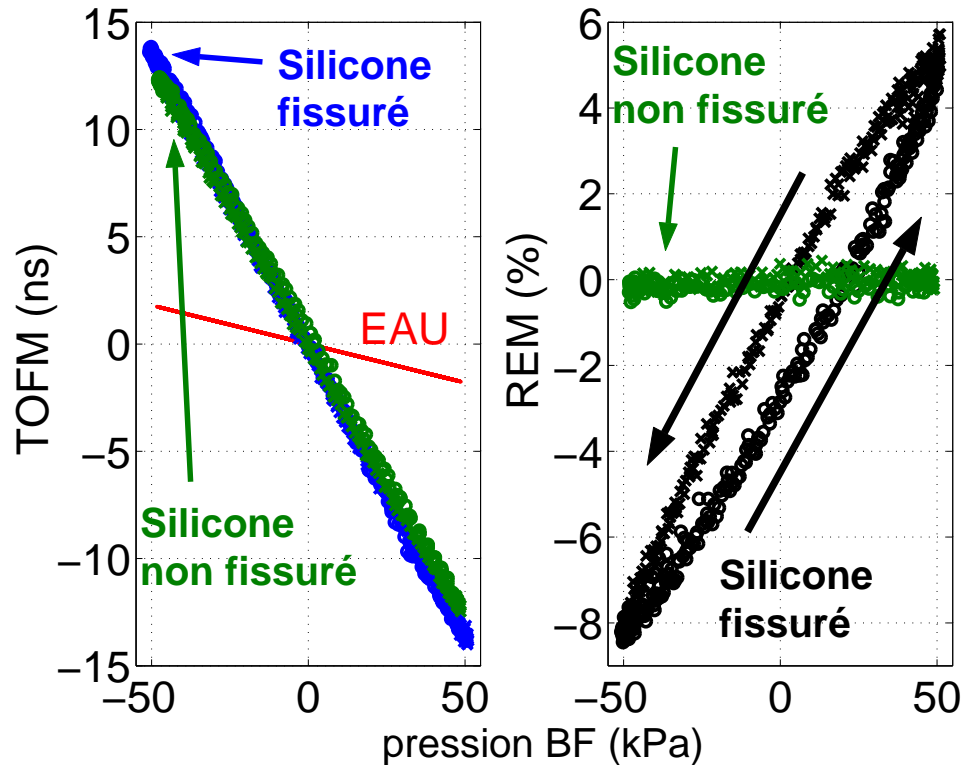
Résultats expérimentaux dans des solides fissurés et granulaires



plaque de pyrex fissurée

Cylindre de silicone fissuré

même échantillon cylindrique fissuré au couteau
 échantillon placé sous vide pour saturer en eau



$$\beta = 17 \pm 1$$

coefficient de non-linéarité
 dissipative :

$$\alpha_D = \frac{(\alpha - \alpha_0)}{\alpha_0} / \epsilon_{BF}$$

$$\alpha_D = 1900$$

Création de fissures : $\Rightarrow \beta \nearrow 10\%$

\Rightarrow apparition d'effets non linéaires dissipatifs élevés

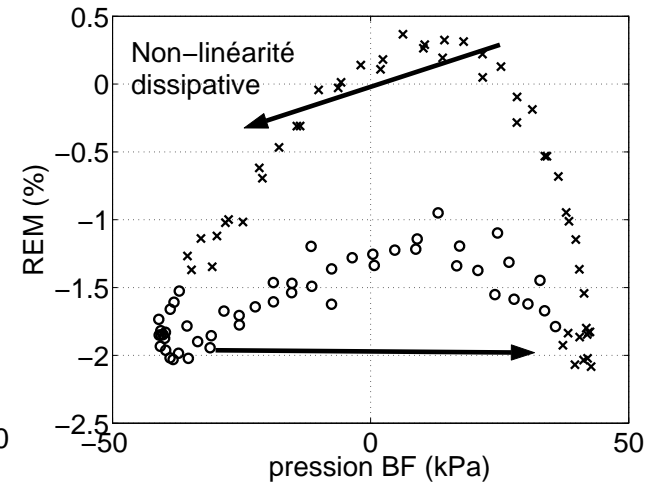
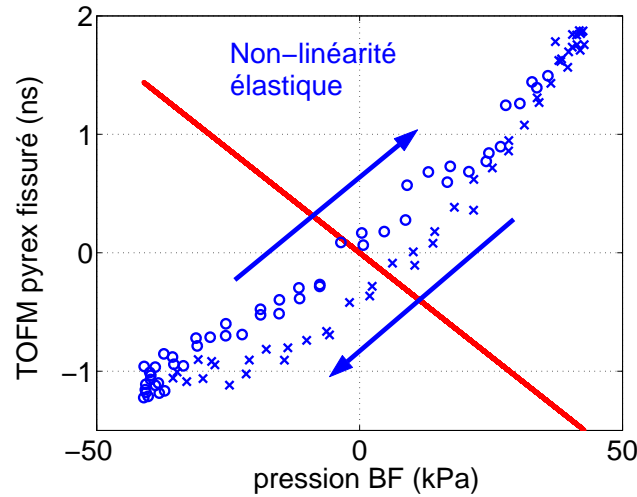
Plaque de pyrex fissurée

Une zone avec non-linéarités élastiques et dissipatives

$$\beta = -2000$$

$$\text{et } \alpha_D = 2.10^4$$

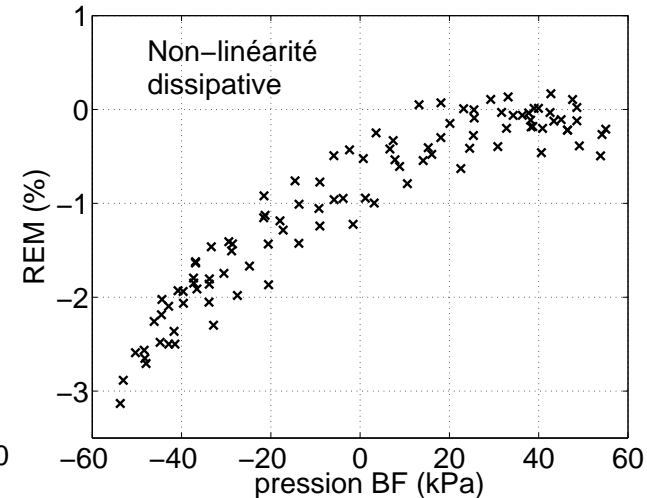
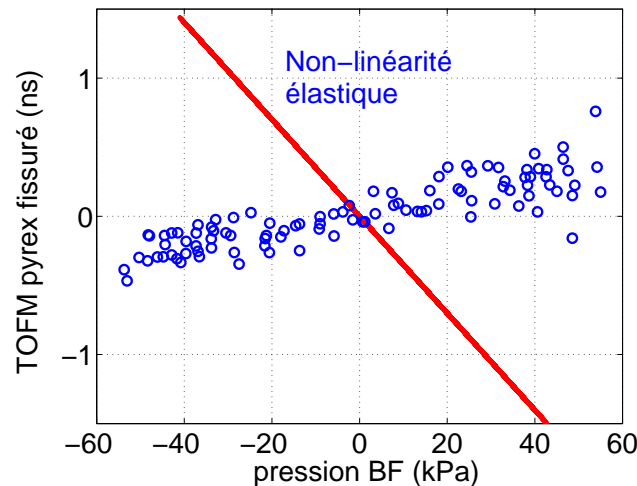
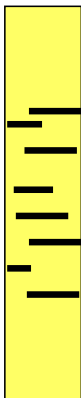
Impulsions US



Une zone avec non-linéarités **dissipatives uniquement**

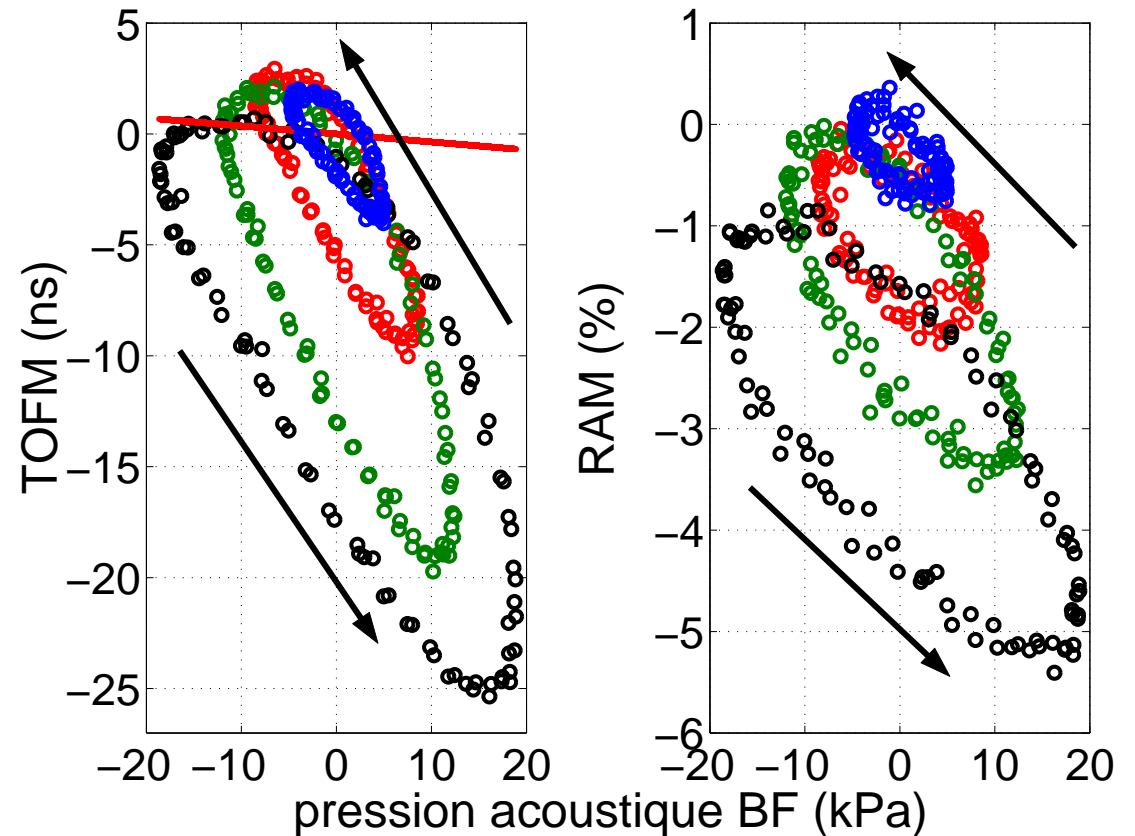
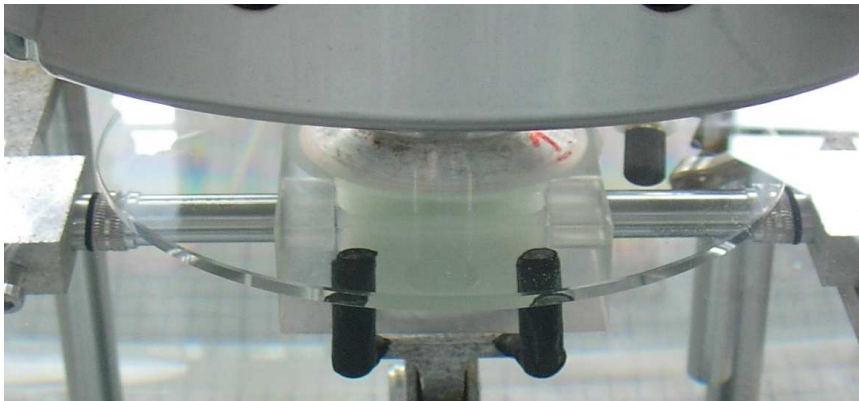
$$\alpha_D = 4.10^4$$

Impulsions US



Milieu de billes de verre saturé en eau

billes de verre (diamètre 200-300 μm)
 $\lambda_{US} \approx 7 \times$ diamètre billes
compacité $\approx 60\%$
propagation dans billes et eau

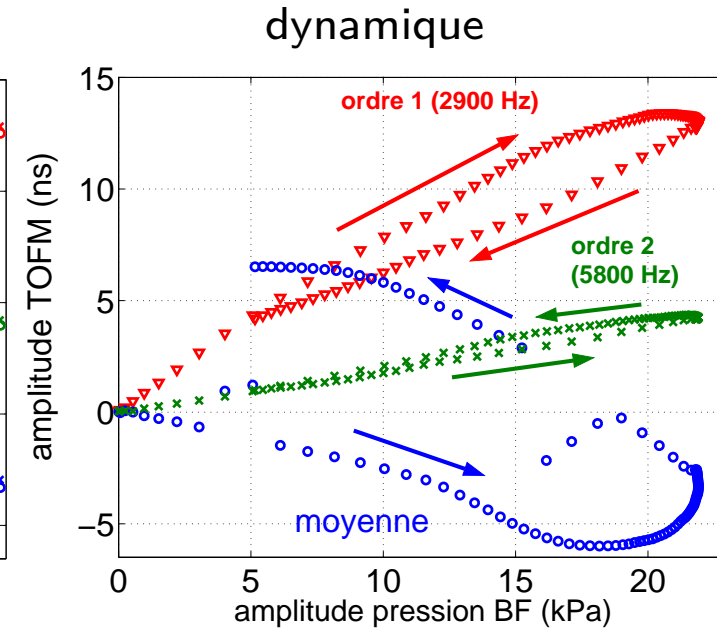
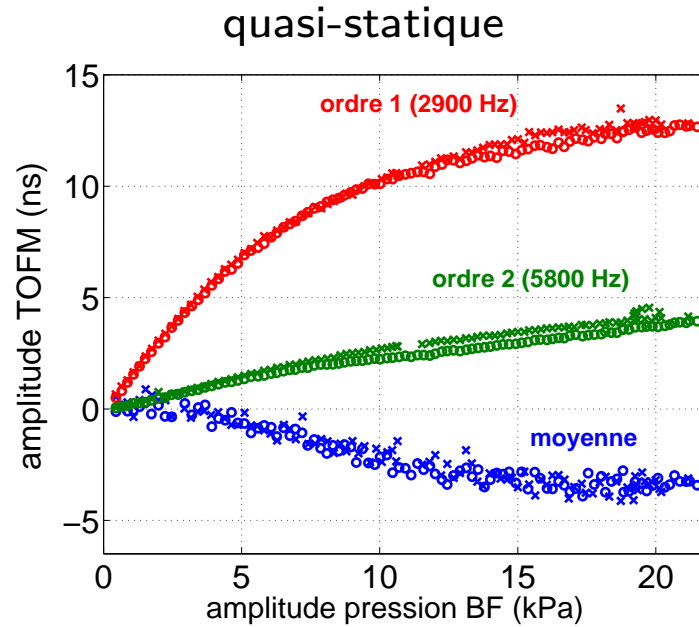
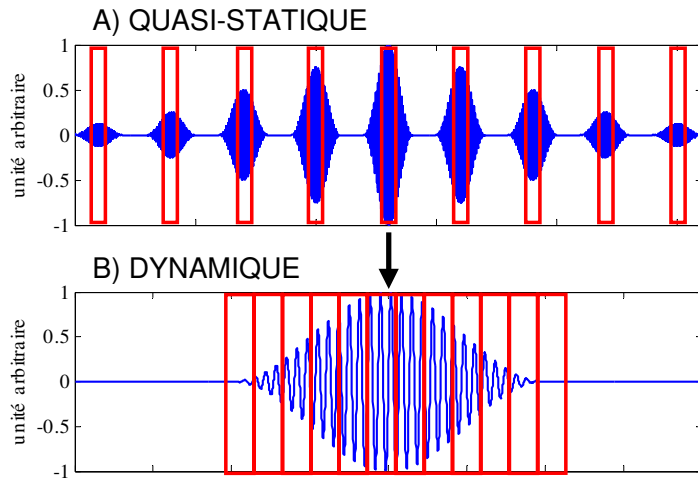


$$\beta = 300 - 1000 \quad \alpha_D = 10^4$$

modification dynamique architecture tridimensionnelle (nb contacts, compacité)
 \implies modulation de la diffusion par les billes et des chemins de propagation

Variation dynamique et quasi-statique de la pression BF

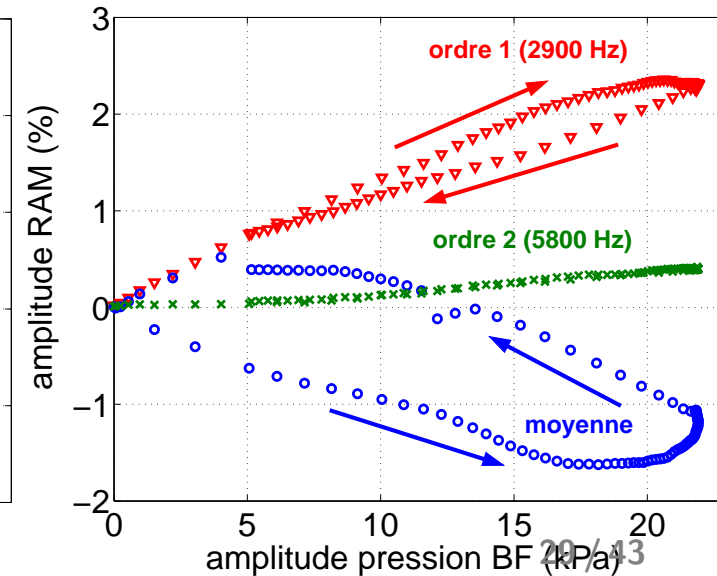
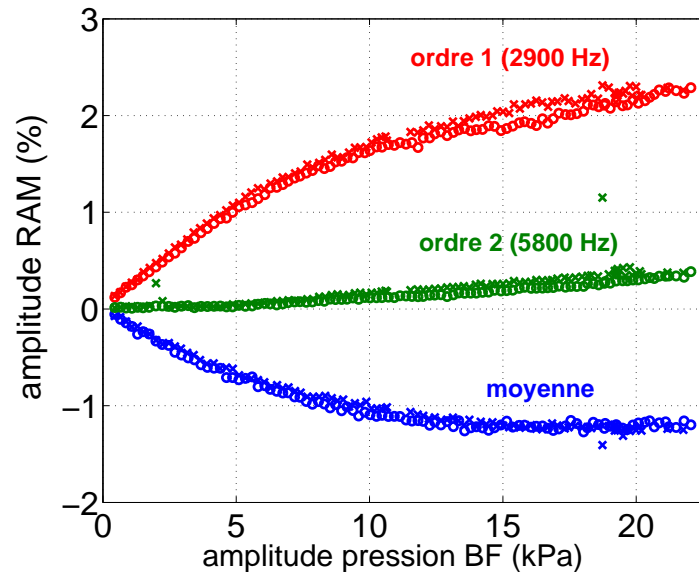
Analyse fréquentielle



Non-linéarité acoustique dépend :

- vitesse de variation amplitude pression BF
- sens de variation amplitude pression BF

⇒ relaxation



matériau	K (GPa)	élasticité NL (TOFM)	dissipation NL (REM)	asymétrie T-C hystérésis (TOFM ou REM)
silicone fissuré	1	$\beta = 17$	$\alpha_D = 1900$	OUI
pyrex fissuré	90	$\beta = -2000$ $[\beta_{litt} = 10^2 - 10^3]$	$\alpha_D = 10^4$ $[litt : 10^4 - 10^5]$	OUI
billes verre	6	$\beta = 300-1000$ $[\beta_{litt} = 10^3]$	$\alpha_D = 10^4$ $[litt : 10^4 - 10^5]$	OUI

$$\implies (\Delta c)/c_0 = 0.01 - 0.1\%$$

$$\implies (\Delta \alpha)/\alpha_0 = 0.1 - 10\%$$

Détection micro-fissures et contact travée cassée \implies **2 indicateurs** :

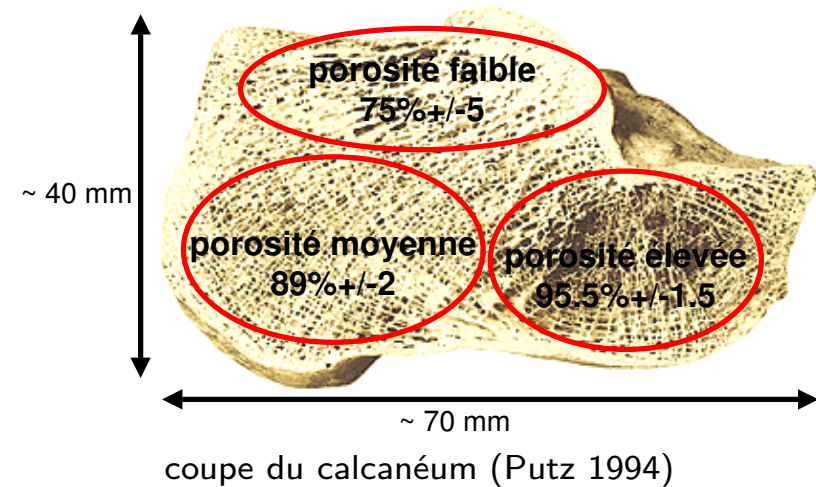
- présence d'effets NL dissipatifs
- hystérésis et/ou asymétrie traction-compression TOFM

Résultats *in vitro* dans l'os trabéculaire du calcanéum



radiographie du pied

porosité et architecture hétérogènes

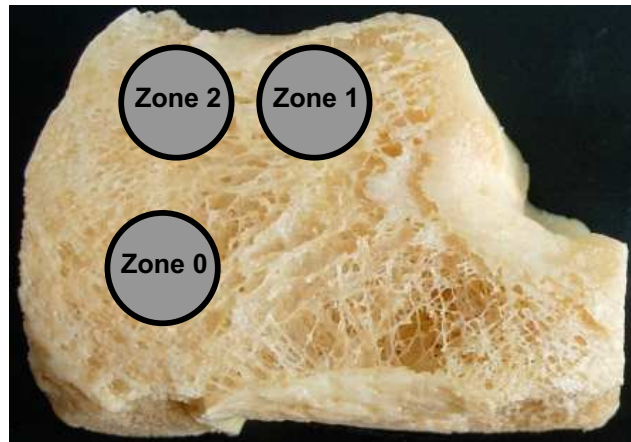


Résultats expérimentaux sur des calcanéums entiers - Détection d'une zone de fortes non-linéarités acoustiques

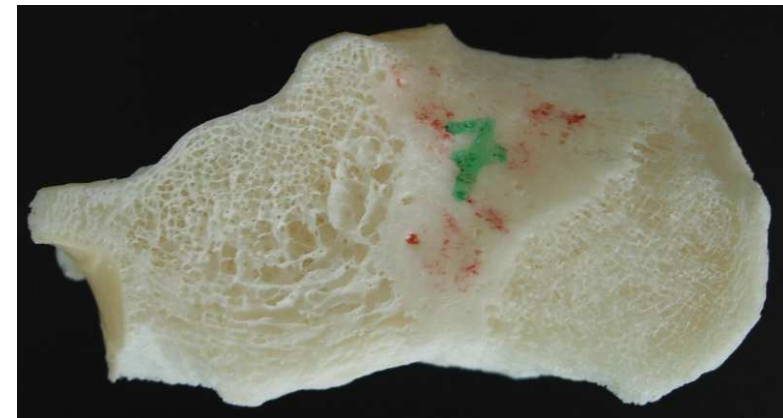
Découpe 2 faces parallèles puis dégraissage

9 échantillons sondés :

- 1 échantillon traité par cuisson et trichloroéthylène
- 8 échantillons traités par CO_2 supercritique



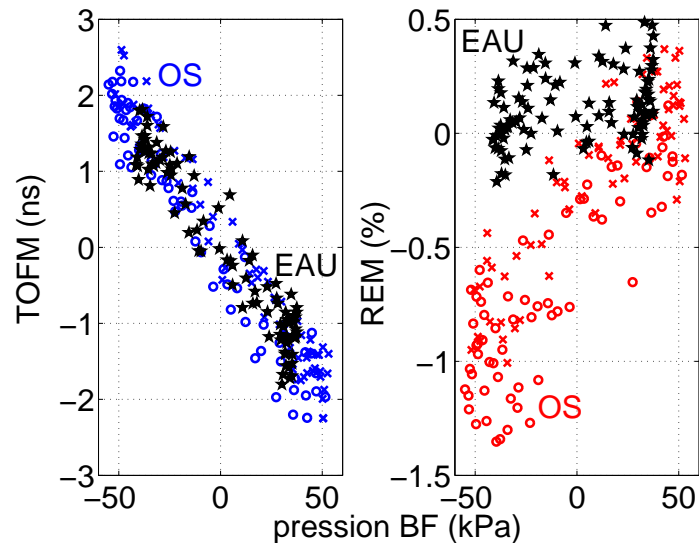
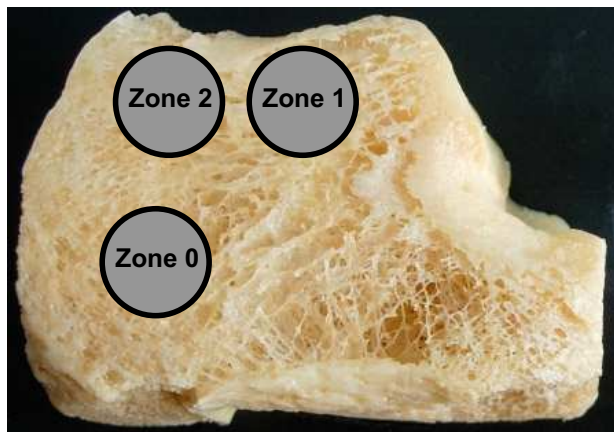
calcaneum dégraissé par cuisson et trichloroéthylène



calcaneum dégraissé par CO_2 supercritique

⇒ pour 3 des 9 échantillons, fortes non-linéarités acoustiques localisées dans la région de faible porosité

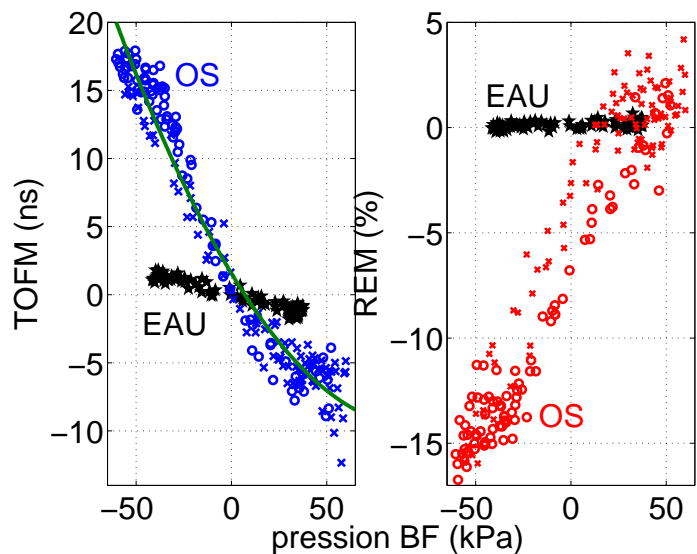
Cas du calcaneum traité par cuisson et trichloroéthylène



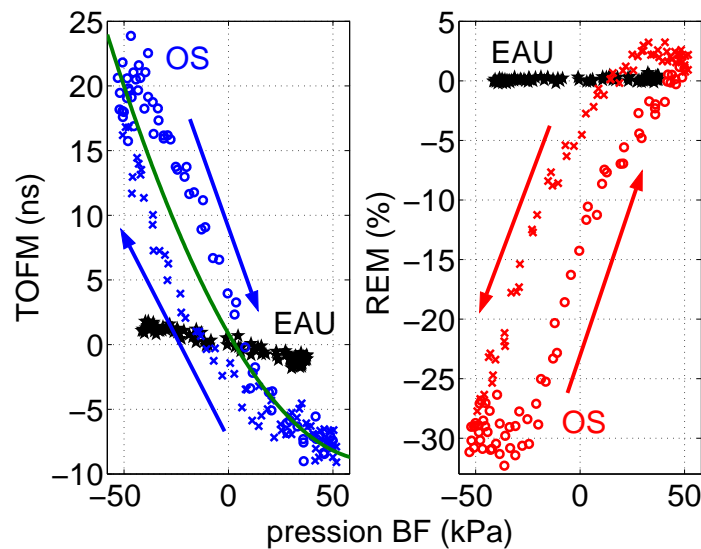
zone 0 :

$$\beta = 10$$
$$\alpha_D = 600$$

ZONE 0



ZONE 1

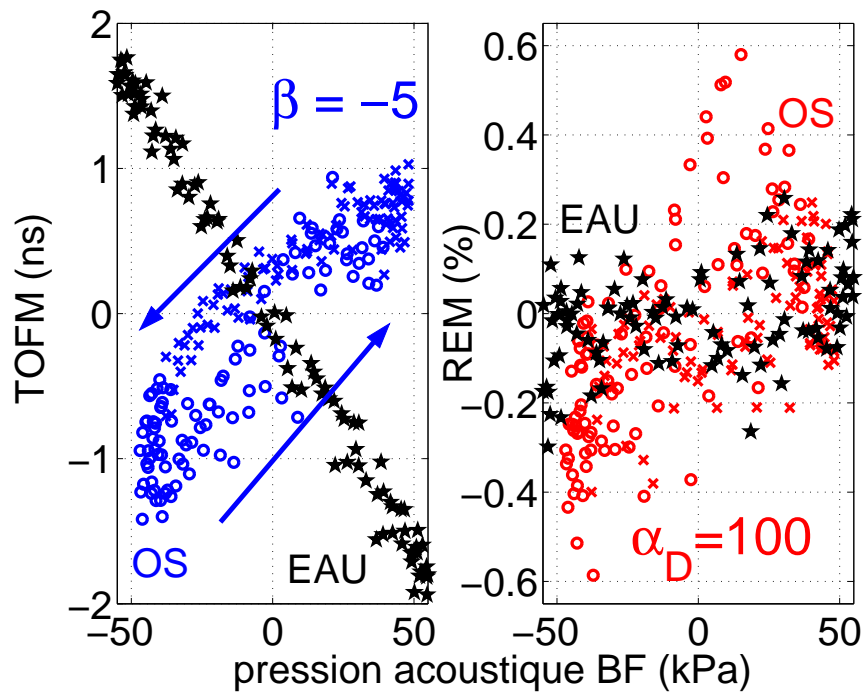
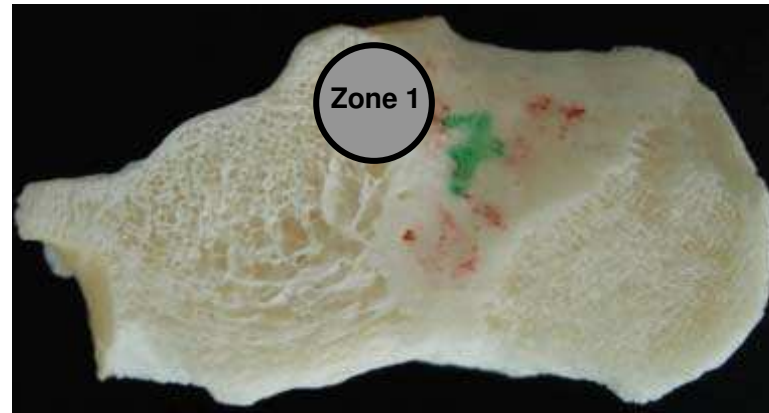


ZONE 2

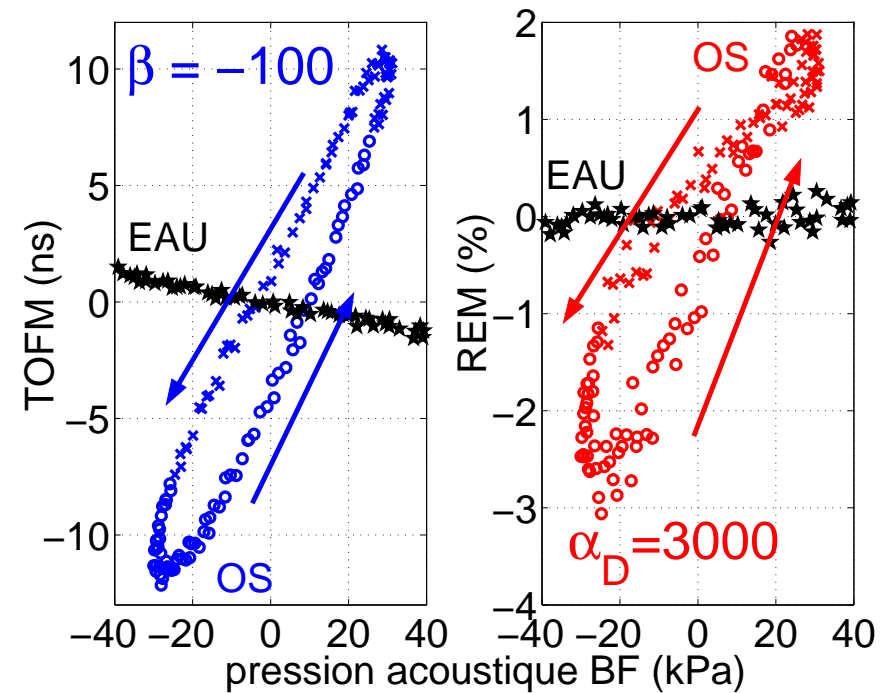
zones 1 et 2 :

$$\beta = 150$$
$$\alpha_D = 10^4$$

Cas des 2 calcanéums traités par CO_2 supercritique



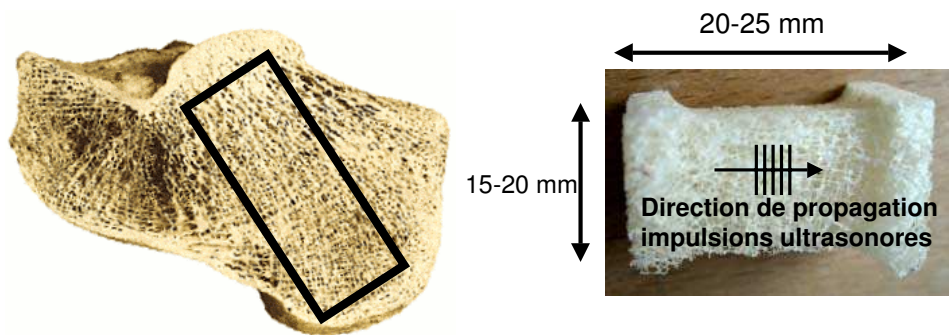
OS 1



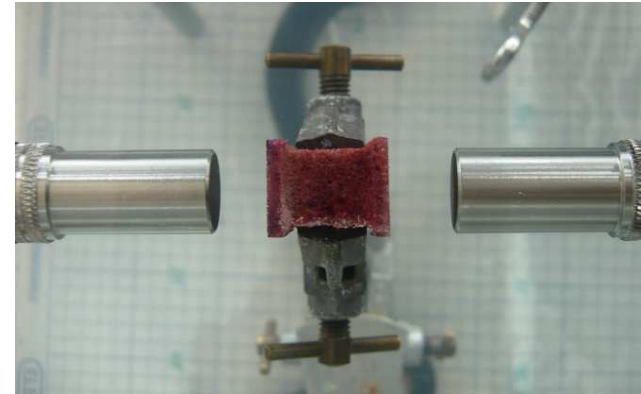
OS 2

- β est négatif \Rightarrow visco-élasticité non linéaire ? dénaturation du collagène par la cuisson ?
- Pourquoi seules les régions de faible porosité montrent de fortes non-linéarités acoustiques ?
 - fraction volumique de tissu plus élevée \Rightarrow plus de fissures ?
 - architecture type plaque moins orientée favorise sensibilité propagation US ?

Suivi du niveau d'endommagement - Protocole



découpe des échantillons



échantillon en position pour mesure

Projet ANR
« BONUS » :
INSERM U930
LBM (Paris)
LIP (Paris)

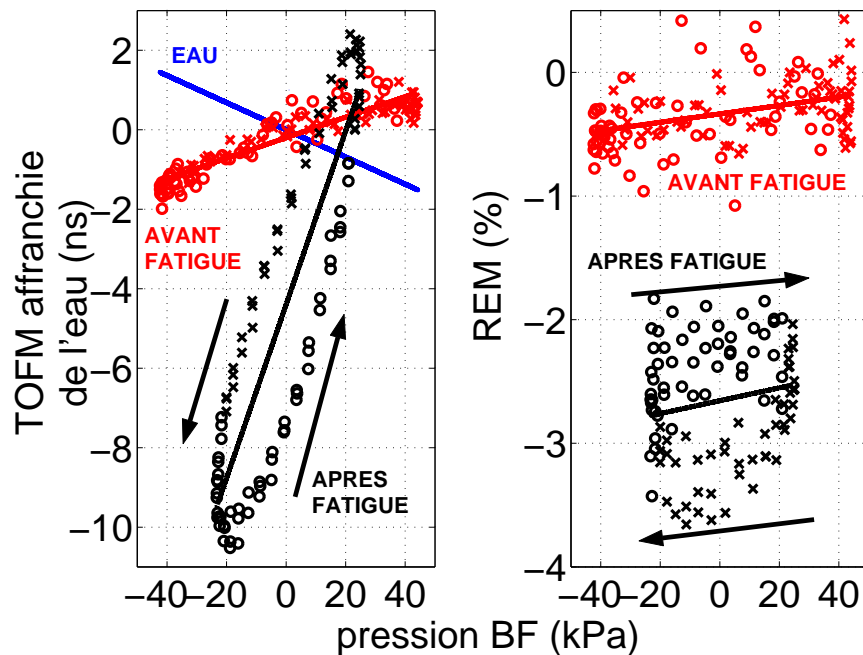
Protocole :

- découpe 2 faces parallèles puis dégraissage CO₂ supercritique,
- découpe parallélépipède puis section réduite centrale,
- coloration rouge (alizarine complexone),
- mesure non-linéarités acoustiques (3 mesures),
- endommagement mécanique par **fatigue en compression** ou par **compression quasi-statique**,
- mesure non-linéarités acoustiques (3 mesures),
- coloration verte (calcéine),
- encapsulage résine puis découpe lamelles 300 μ m,
- quantification micro-fissures avant et après endommagement mécanique (microscopie en épifluorescence).

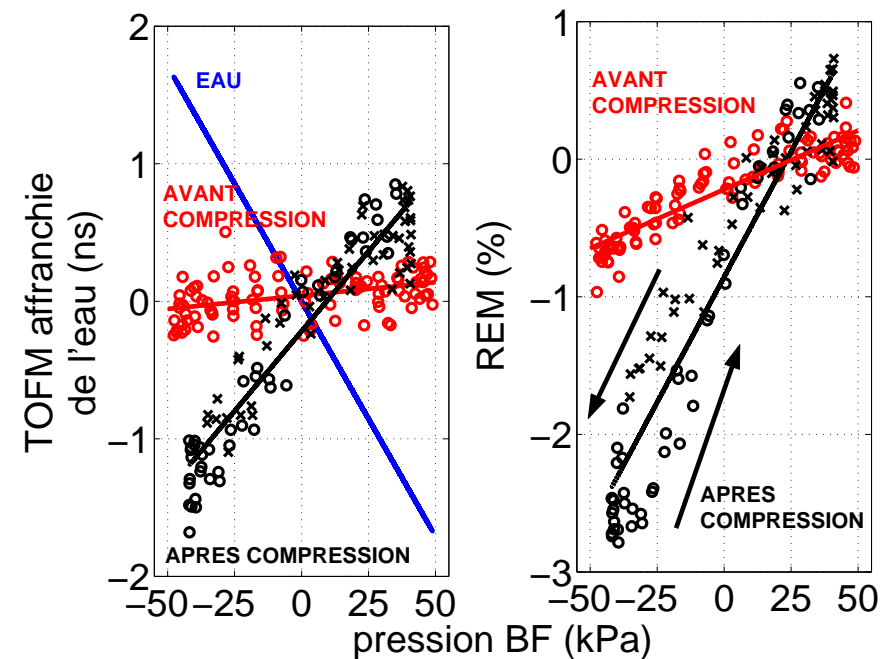
Suivi du niveau d'endommagement induit par fatigue en compression et compression quasi-statique

- 7 échantillons fatigués en compression jusqu'à diminution de 50% du module d'Young ($\epsilon = 0.1\% - 0.5\%$ à 1 Hz)
- 7 échantillons subissant compression jusqu'à déformation de 4%
- 3 échantillons témoins non-endommagés

⇒ régression linéaire sur TOFM et REM (pente et constante)

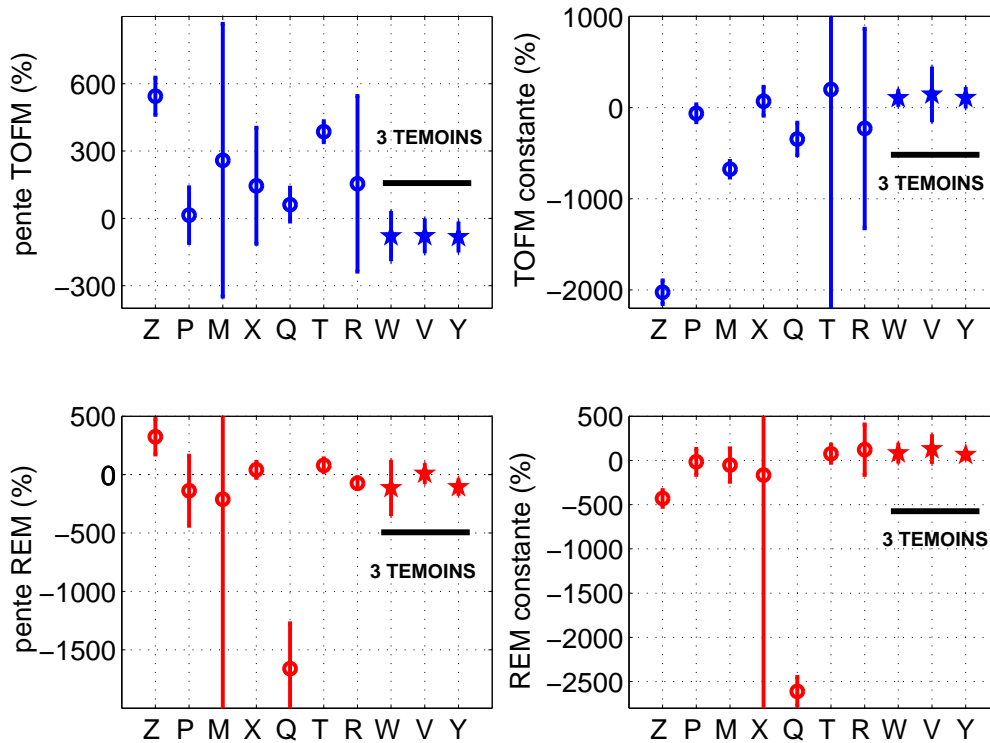


échantillon Z (fatigue en compression)

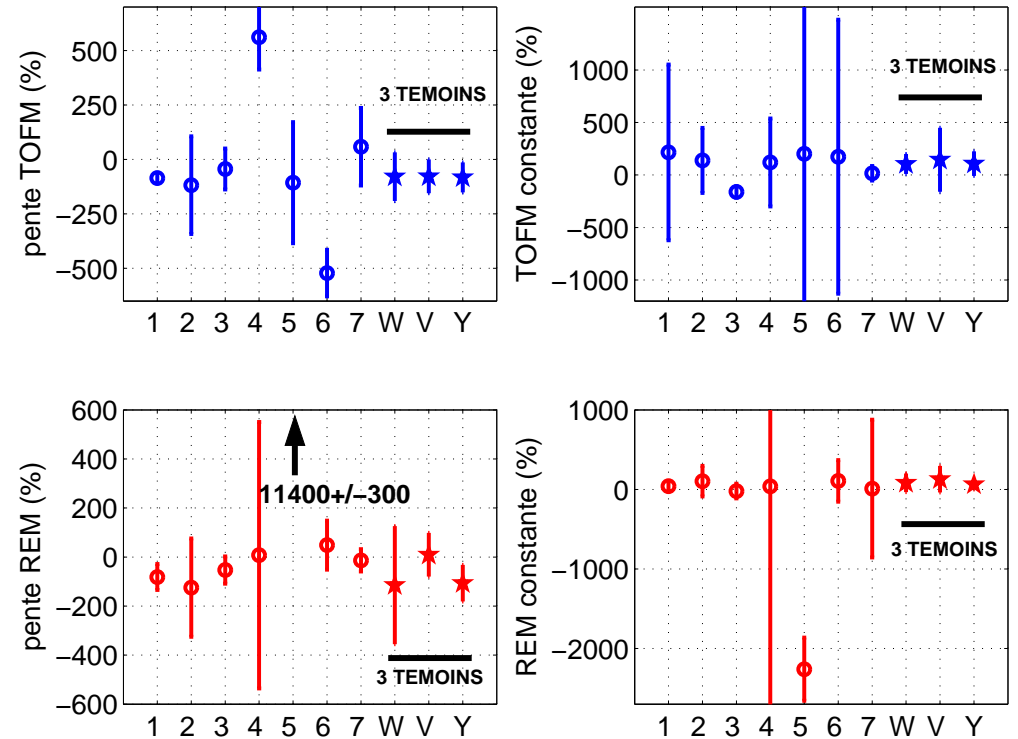


échantillon 5 (compression quasi-statique)

fatigue en compression



compression quasi-statique



- **fatigue compression** : variations significatives pour 4 (Z, M, Q et T) des 7 échantillons endommagés
 ⇒ échantillon Z : endommagement par fatigue ⇒ $\beta \times 6$
- **compression quasi-statique** : variations significatives pour 3 (4, 5 et 6) des 7 échantillons endommagés
 ⇒ contrairement à la fatigue, pas de tendances pour la compression quasi-statique
- variations vitesse de propagation ($< 1\%$) et atténuation ultrasonore ($< 80\%$)

Bien que tous endommagés de la même manière, pourquoi certains échantillons ne présentent pas de variations ?

- niveau endommagement initial *in vivo* différent
- découpe axe réseau calcaneum imprécise
- problème maintien des échantillons (endommagement mécanique et acoustique)
- variabilité architecture trabéculaire inter-individu (tige/plaque, anisotropie)

Pourquoi les résultats pour les 2 types d'endommagement mécanique sont différents ?

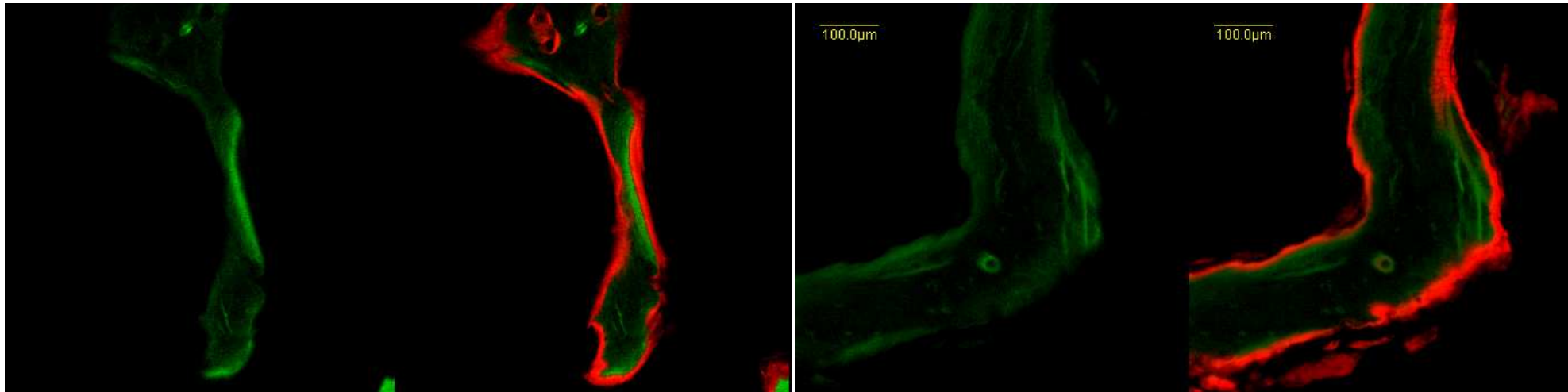
Types d'endommagement induits sont différents

- fatigue : endommagement homogène (fissures)
- compression quasi-statique : endommagement privilégié de certaines zones (lignes de rupture, fissures et micro-fractures)

Endommagement par fatigue - Objectivation par étude histologique

rouge=avant endommagement, vert=après endommagement

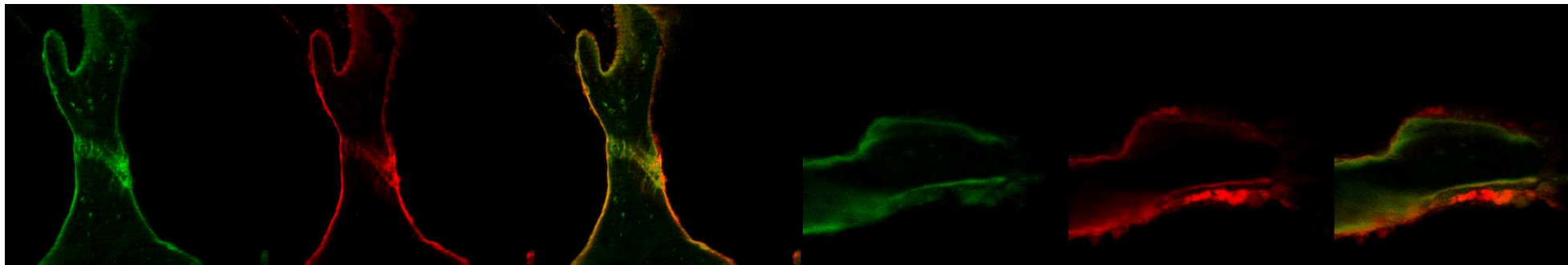
échantillon
Z



⇒ échantillon Z fortement endommagé avant la fatigue

⇒ propagation d'endommagement existant et création de nouvelles fissures

échantillon
T (gauche)
et témoin Y
(droite)



Conclusions

Interface de 2 domaines de recherche en effervescence :

- rôle du micro-endommagement dans résistance osseuse
- acoustique non linéaire pour détection et quantification d'endommagement

⇒ Développement méthode de mesure localisée et sans contact des non-linéarités acoustiques élastiques et dissipatives

Matériaux à non-linéarité acoustique classique :

- mesure paramètre non-linéarité élastique β en accord avec littérature
- pas d'effets acoustiques non linéaires dissipatifs

Matériaux à non-linéarité acoustique non classique (fissuré et granulaire) :

- β supérieur de plusieurs ordres de grandeur
- présence d'effets acoustiques non linéaires dissipatifs
- asymétrie traction/compression, hystérésis

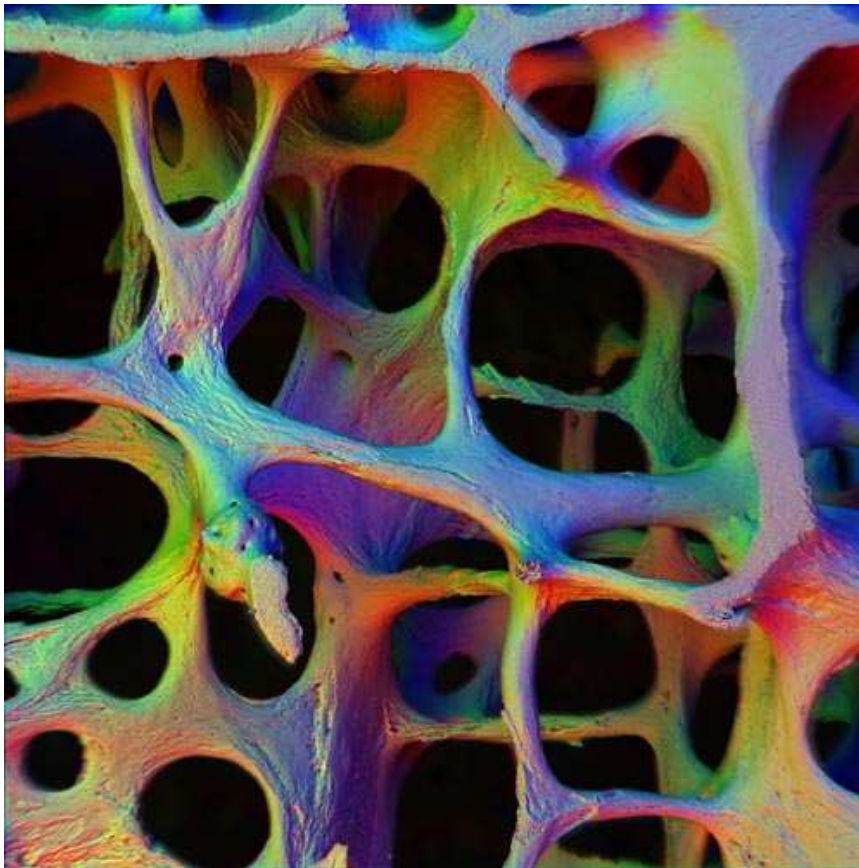
Os trabéculaire du calcaneum :

- zone de fortes non-linéarités acoustiques dans région faible porosité du calcaneum
- évolutions significatives effets acoustiques non linéaires après endommagement mécanique, pour une partie des échantillons

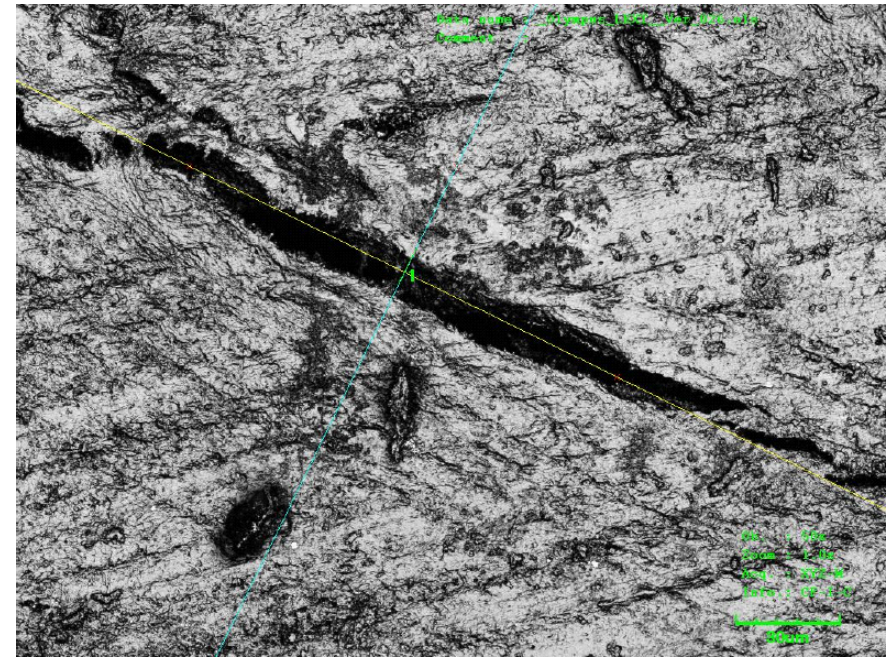
Perspectives

- une nouvelle thèse commence (Hélène !!)
- terminer quantification histologique endommagement
- évolution du protocole expérimental (acoustique et mécanique)
- confirmer influence viscosité linéaire et non linéaire sur effets non linéaires élastiques (huiles automobiles)
- étudier relation endommagement-architecture (imagerie 3D haute résolution)
- corréler avec autres techniques acoustiques NL
- tester os cortical
- endommagement os entiers avec sollicitation mécanique proche du cas physiologique
- conception d'un prototype d'imagerie

Merci de votre attention !



Os trabéculaire vertébral ostéoporotique (Alan Boyde, Anatomy & Developmental Biology University College London)



Fissure observée sur une coupe d'os trabéculaire (microscope laser confocal)