
CY CERGY PARIS UNIVERSITÉ

LABORATOIRE SYSTÈMES ET APPLICATIONS DES TECHNOLOGIES DE
L'INFORMATION ET DE L'ÉNERGIE

ÉCOLE DOCTORALE SCIENCES ET INGÉNIERIE

**Études des signatures ultrasonores de l'os
en vue d'une datation *post mortem***

THESE

en vue de l'obtention du titre de docteur

Discipline : Sciences pour l'Ingénieur

Arthur ANGERMULLER

Soutenue le 24 novembre 2021

Jury :

Cécile BARON,	CR CNRS - HDR, ISM de Marseille (Rapporteuse)
Lionel HAUMESSER,	MCF - HDR, Université de Tours (Rapporteur)
Marc DUQUENNOY,	PR, Université Polytechnique des Hauts de France (Examineur)
Mounsif EL KETTANI,	PR, Université du Havre (Examineur)
Emmanuel LE CLEZIO,	PR, Université de Montpellier (Examineur)
Andres ARCINIEGAS,	MCF, CY Cergy Paris Université (Co-encadrant)
Loic MARTINEZ,	MCF, CY Cergy Paris Université (Co-encadrant)
Nicolas WILKIE-CHANCELLIER,	PR, CY Cergy Paris Université (Directeur de thèse)

Remerciements

Je remercie en premier lieu tous les membres du jury Cécile Baron, Lionel Haumesser d'avoir accepté de rapporter ce travail de thèse, et Marc Duquennoy, Mounsif El Kettani et Emmanuel Le Clezio d'avoir accepté de participer au jury.

Cette thèse est le fruit de trois années de recherche et, sans le concours de nombre de personnes, ce travail n'aurait pu aboutir. Durant ces trois années, j'ai eu la chance de trouver un sujet de recherche plutôt plaisant mais surtout très intéressant, d'avoir eu un encadrement de choix, d'avoir vu nombre de personnes s'impliquer dans ce projet et d'avoir eu un environnement de travail agréable. Mais aussi, et surtout dans les moments de doutes, j'ai eu la chance d'avoir une famille et de nombreux amis proches qui m'ont soutenu. C'est à toutes ces personnes qui ont partagé ma vie, mes galères, mes angoisses, mais aussi mes sourires, mes joies et mes rires pendant ces quelques années, que je dédie ces quelques lignes.

Je commencerai ces remerciements par les personnes qui m'ont encadré durant cette thèse. Merci Nicolas pour la confiance que tu m'as donnée au début et tout au long de cette thèse. Je sors de ces trois années de recherche, presque entier si l'on compte les neurones laissés au bord des pistes, mais pour sûr, j'en sors grandi avec plus d'assurance sur mes connaissances et mes capacités.

Merci Loïc pour toute l'aide théorique que tu m'as donnée. Sache que je redoutais au début tes explications, de peur de ne pas pouvoir les comprendre. Mais tu as réussi à me transmettre la passion du traitement de signal, qui est désormais le domaine dans lequel je me sens le plus à l'aise.

Enfin merci Andres pour toutes les discussions que nous avons eues. C'est avec toi que j'ai le plus affûté mon discours scientifique et appris à défendre mes points de vue, domaine qui, tu le sais bien, est cher à mes yeux. Difficile cependant de réduire l'aide que tu m'as apporté à quelques conversations : si j'en arrive à soutenir un travail que j'ai pu achever c'est en grande partie grâce à ton implication dans les moments creux, plein de doutes. Merci pour tout cela.

Je continuerai par les personnes qui se sont impliquées dans mes travaux. En premier, merci Philippe Lasaygues pour ton accueil au LMA et toutes les discussions que nous avons eues ensemble. Ces six semaines dans le sud ont été pour moi un bol d'air en ces temps de covid. Je remercie aussi toute l'équipe du LMA, en particulier Hafsa Diboune lors de son stage dédié à ce projet.

Merci Franck Nolot pour ton aide tout au long du projet. J'ai pu connaître l'univers de l'IRCGN, de la police criminelle, grâce à toi et toutes les conférences auxquelles j'ai assisté. Toutes les visites

que j'ai pu faire étaient très enrichissantes pour mon sujet de thèse.

Merci Magalie Michiel, pour le courage et la patience dont tu as fait preuve pour m'initier à la chimie. Merci pour ton aide et pour le temps que tu m'as consacré. J'ai une pensée également pour Jean-Yves qui par ses questions, remettant en cause plein de préjugés, a su aiguïser mon esprit critique et ma manière de voir la science.

Je remercie également tous les autres membres du laboratoire SATIE qui m'ont accueilli pendant ces trois années. Définitivement on a la meilleure terrasse de toute l'université et les moments que l'on y a passé resteront dans ma mémoire. Pascal, je suis converti au pied de cochon. Stéphane, la plus belle des voix et c'est un amateur de musique qui te le dit. Vincent, Alice, Davina, Dream Team du turf tmtc petit éléphant. Jennifer, que vais-je faire sans toi. Salah, ton bouquin m'a retourné le crâne, merci (promis je te le rends).

Je remercie également tout mon cercle proche : mes parents, grands-parents, frères, cousins et tantes. Où que la vie me mène, je sais votre soutien indéfectible. Un petit plus pour Sophie (parce qu'elle compte pour un et demi et bientôt pour deux) et pour pépé de m'avoir hébergé, nourri (les meilleures tartes du monde) et blanchi pendant mes premières années à Paris.

J'ai une pensée pour tous mes colocs de la cité universitaire avec qui j'ai passé deux belles années malgré le covid. Je tends même à croire que votre compagnie, notre maison, était la meilleure situation possible pour supporter les confinements Parisiens. Mihir, Amulya, Sumit, Komal, Irene, abishek, ayush and co. thanks all of you. You are the best persons in this world.

Je finirai par les personnes fantastiques que j'ai autour de moi, mes amis. Merci Louise, Pablo, Alex, Émilie et Bertrand de m'avoir, entre autres, fourni un toit. Mais au-delà d'une vision matérialiste, si je rajoute Seb et Rodriguo, vous m'avez apporté bien plus que ce que des mots permettent de décrire. *Et quand ils étaient en détresse, qu'eux leurs bras lançaient des S.O.S, on aurait dit les sémaphores.* Brassens. Les copains d'abord.

Loin des yeux, près du cœur. William, Thibaut, à nos discussions profondes, à nos galères de doctorant ! Rémi, allez, maintenant tu rentres à la maison. Et plus vite que ça.

Merci à vous tous.

Arthur

PS : A toute personne que j'ai oubliée ou qui aurait des réclamations, un Doodle est ouvert à cet effet.

SOMMAIRE

INTRODUCTION

CHAPITRE I

INTRODUCTION.....	9
I.1 COMPOSITION DU SQUELETTE HUMAIN.....	9
<i>I.1.1 Classification des os.....</i>	<i>10</i>
<i>I.1.2 Organisation du tissu osseux.....</i>	<i>11</i>
I.2 ÉVOLUTION DE L'OS AU COURS DE LA VIE.....	15
<i>I.2.1 L'os en croissance.....</i>	<i>15</i>
<i>I.2.2 L'ostéoporose.....</i>	<i>16</i>
I.3 ÉVOLUTION DE L'OS APRES LA MORT.....	17
<i>I.3.1 La décomposition du corps.....</i>	<i>18</i>
<i>I.3.2 La diagenèse de l'os.....</i>	<i>18</i>
I.4 LA DATATION POST MORTEM.....	21
<i>I.4.1 Le contexte médico-légal.....</i>	<i>21</i>
<i>I.4.2 Datation pour des délais courts (< 1 an).....</i>	<i>22</i>
I.4.2.1 La thanatologie.....	22
I.4.2.2 L'entomologie.....	22
<i>I.4.3 Datation pour des délais longs (> 1 an).....</i>	<i>23</i>
I.4.3.1 Méthodes colorimétriques.....	23
I.4.3.2 Méthodes radio-isotopiques.....	24
I.4.3.3 Méthodes chimiques.....	26
<i>I.4.4 Vers une datation par méthodes ultrasonores.....</i>	<i>27</i>
I.5 SYNTHÈSE.....	29
REFERENCES.....	31

CHAPITRE II

INTRODUCTION.....	43
II.1. MODELES THEORIQUES DE PROPAGATION D'ONDES ULTRASONORES DANS L'OS CORTICAL	44
II.1.1 <i>Les différents modèles d'anisotropie</i>	44
II.1.2 <i>Propagation d'une onde élastique dans un solide</i>	46
II.2. MATERIELS ET METHODES.....	49
II.2.1 <i>Préparation des échantillons</i>	50
II.2.2 <i>Contrôle de la porosité</i>	52
II.2.2.1 La tomographie par rayons X.....	52
II.2.2.2 Traitement des données tomographiques	53
II.2.3 <i>Contrôle de la masse volumique</i>	54
II.2.4 <i>Détermination des constantes de rigidité : mesures ultrasonores</i>	56
II.2.4.1 Mesures en immersion des vitesses longitudinales	56
II.2.4.2 Mesures en contact des vitesses transversales	57
II.2.4.3 Traitement des données ultrasonores	58
II.2.4.4 Hypothèses de l'étude	61
II.3. RESULTATS	63
II.3.1 <i>Contrôle de la porosité</i>	63
II.3.2 <i>Contrôle de la masse volumique</i>	65
II.3.3 <i>Évolution de l'anisotropie de l'os</i>	66
II.3.3.1 Évolution des coefficients diagonaux de la matrice de rigidité avec le DPM	66
II.3.3.2 Évolution des rapports d'anisotropie.....	69
II.4. ANALYSES DES RESULTATS ET DISCUSSION	71
II.4.1 <i>Définition d'un état initial de l'os post mortem</i>	71
II.4.2 <i>Influence de la porosité sur la mesure ultrasonore</i>	72
II.4.3 <i>Influence de la masse volumique sur les mesures ultrasonores</i>	74
II.4.4 <i>Hypothèse d'homogénéité locale de l'os</i>	76
II.5. SYNTHESE	79
REFERENCES	81

CHAPITRE III

INTRODUCTION.....	87
III.1 THEORIE DES ONDES GUIDEES.....	88
<i>III.1.1 Comportement d'une onde à une interface.....</i>	<i>88</i>
<i>III.1.2 Propagation d'onde dans une plaque.....</i>	<i>91</i>
III.1.2.1 Modes non couplés	91
III.1.2.2 Les ondes de Lamb	92
<i>III.1.3 Onde de Rayleigh.....</i>	<i>96</i>
III.2 METHODE DE CARACTERISATION DES SIGNATURES ACOUSTIQUES.....	98
<i>III.2.1 Technique expérimentale</i>	<i>98</i>
III.2.1.1 Échantillons étudiés.....	98
III.2.1.2 Montage expérimental et protocole d'acquisition	101
<i>III.2.2 Techniques d'analyse temporelle et fréquentielle de la propagation</i>	<i>104</i>
III.2.2.1 Étude des phénomènes vibratoires isolés.....	105
III.2.2.2 Construction des ondes de Lamb	111
III.2.2.3 Résumé des traitements des données pour la caractérisation.....	115
<i>III.2.3 Validation numérique du modèle théorique</i>	<i>117</i>
III.3 RESULTATS : SIGNATURES ACOUSTIQUES DES OS	119
<i>III.3.1 Caractérisation expérimentale d'un échantillon bovin.....</i>	<i>119</i>
III.3.1.1 Étude des phénomènes isolés.....	120
III.3.1.2 Étude globale.....	123
III.3.1.3 Synthèse sur l'os bovin	125
<i>III.3.2 Étude expérimentale d'un échantillon d'os humain.....</i>	<i>126</i>
III.3.2.1 Étude des phénomènes isolés.....	127
III.3.2.2 État transitoire d'ondes guidées.....	129
III.3.2.3 Synthèse sur l'os humain	132
<i>III.3.3 Vers une méthode de datation osseuse par vibromètre laser.....</i>	<i>133</i>
III.3.3.1 Émission en compression.....	133
III.3.3.2 Émission en cisaillement.....	136
III.4 DISCUSSION	138
<i>III.4.1 Comparaison des mesures locales et globales sur les os humains.....</i>	<i>138</i>
<i>III.4.2 Vers un modèle isotrope transverse.....</i>	<i>139</i>
III.4.2.1 Lien entre l'épaisseur et Δt	140
III.4.2.2 Interprétation du rapport $ H/V $	141
<i>III.4.3 Perspectives liées au banc de mesure.....</i>	<i>143</i>
III.5 SYNTHÈSE	144
<u>REFERENCES</u>	<u>147</u>

CONCLUSION

ANNEXE

A.	<i>Reprise hydrique de l'os</i>	157
B.	<i>La transformée Slant-Stack</i>	158
C.	<i>Simulation numérique</i>	161
	C.1 Modèle numérique.....	161
	C.2 Résultats des simulations.....	163
D.	<i>Mesure d'atténuation</i>	167
	D.1 Théorie et modèle choisi.....	167
	D.2 Atténuation dans la plaque d'aluminium.....	168
	D.3 Atténuation dans la plaque bovine.....	170
	D.3 Remarques et conclusion.....	172
	<i>Références</i>	173

RESUME

Introduction

L'anthropologie (la science/parole/discours de l'Homme en grec) regroupe toutes les sciences étudiant l'Homme ou ses interactions sous tous ses aspects. L'un d'eux – le domaine médico-légal – s'intéresse de manière scientifique à la mort d'un individu et les causes qui l'ont précédées. Pour toute situation criminelle, l'anthropologie médico-légale [1] a pour but premier de dresser le profil biologique de l'individu avant de définir les causes de la mort. Ce profil biologique regroupe toutes les informations permettant l'identification de la personne étudiée : son âge, son sexe, son ethnie, sa taille ou son groupe biologique. L'une de ces informations – préliminaire à toute enquête – est l'estimation du temps écoulé entre la mort de l'individu et sa découverte [2][3] : ce délai est appelé *Délai Post Mortem* (DPM en français) ou *Post Mortem Interval* (PMI en anglais). Les méthodes de datation utilisées pour estimer le DPM diffèrent selon la dégradation du corps. On distingue trois catégories d'études : la thanatologie, l'entomologie et l'anthropologie.

Si les datations thanatologique et entomologique induisent une étude sur des cadavres dits « récents » (de quelques heures à quelques années), vient un délai – proche de l'année – où il ne restera du corps de la victime que les os. L'étude anthropologique des ossements a alors pour but d'estimer le DPM mais aussi de savoir si l'ouverture d'une enquête judiciaire est licite. Le délai de prescription pour des crimes pour meurtre – hors cas particuliers – est de 20 ans en France (Code de procédure pénale : Article 7) : passé ce délai, toute information apportée devant un tribunal n'est plus recevable. Ce délai a notamment comme intérêt de désengorger les tribunaux d'affaires longues et stagnantes et d'assurer aux parties impliquées par le meurtre – famille, proche ou suspects – une certaine assurance quant à la vitesse de traitement de l'enquête.

De nombreuses méthodes permettent d'étudier la dégradation de l'os dans le temps après la mort de l'individu (phénomène appelé *diagenèse*) cependant peu d'entre elles obtiennent une précision suffisante pour être retenue devant un tribunal. Ces estimations peuvent être issues d'études :

- **Biochimiques**, estimation du taux d'éléments organiques encore présents dans l'os [4] [5] [6] [7],
- **Radio-isotopiques**, taux des composants chimiques instables encore présents dans l'os [8] [7],
- **Histologiques** étude de la dégradation structurelle interne de l'os [9] [10].

D'autres approches sont étudiées depuis quelques années pour faire évoluer le diagnostic *post mortem* : des thèses récemment soutenues portent sur cette problématique de caractérisation de l'os *post mortem* par microscopie Raman/histologie [11] (étude prospective par suivi de l'évolution du rapport minéral/organique, de la carbonatation, de la cristallinité) ou par Résonance Magnétique Nucléaire (RMN) [12] (étude introspective par suivi du taux de collagène, de lipide).

Si le couplage de plusieurs méthodes existantes est possible, un autre axe d'étude peut être considéré en tenant compte des observations faites sur l'os dans le domaine médical. En effet de nombreuses études ont pour but de caractériser le comportement mécanique de l'os notamment par des méthodes ultrasonores et certaines émettent des hypothèses quant à la possibilité de suivre les dégradations *post mortem* de l'os par ultrason. En des termes plus concrets, les dégradations biochimiques [13][14][15] et structurelles [9][10] relevées par les études du domaine forensique pourraient être suivies par ultrasons, qu'elles soient biochimiques [16][17] ou structurelles [18][19][20][21].

C'est dans cette dynamique que le projet Post MortUS a vu le jour en 2016 : répondre à la problématique de l'IRCGN « *améliorer la précision de la datation post mortem à partir d'un échantillon osseux* », avec comme axe majeur le suivi de l'évolution des paramètres mécaniques de l'os. Cette thèse s'est déroulée dans le cadre de ce projet et a fait l'objet d'une association entre deux acteurs :

- **L'IRCGN** (Institut de Recherche Criminelle de la Gendarmerie Nationale) et notamment sa division DCIH (Division Criminalistique d'Identification Humaine). Cette division assure les examens liés à l'odontologie, à la médecine légale, à l'anthropologie, à l'hématomorphologie, à la faune et à la flore forensiques et aux empreintes digitales permettant à terme l'identification d'un individu.
- **Le laboratoire SATIE** (Système et Application des Techniques de l'Information et de l'Energie, UMR 8029) et plus précisément le groupe II (Instrumentation et Imagerie) du pôle SIAME (Systèmes d'Information et d'Analyse Multi-Echelles). Ce laboratoire, porteur du projet, travaille sur la caractérisation de matériaux complexes notamment par ondes guidées [22][23]. Plusieurs bancs instrumentaux sont à leurs dispositions (notamment des systèmes d'analyses US et des vibromètres 1D et 3D) sans être directement dédiés à l'étude de l'os.

Pour compléter les résultats, ce consortium s'est appuyé sur l'expertise d'un dernier acteur, le **laboratoire LMA** (Laboratoire de Mécanique et d'Acoustique, UMR 7031) et plus précisément l'équipe Ondes et Imagerie. Cette équipe travaille depuis de nombreuses années sur la caractérisation osseuse appliquée au domaine médical [24][25][26]. Plusieurs bancs d'essais sont alors dédiés à l'étude ultrasonore de l'os dont les protocoles expérimentaux ont été validés par plusieurs publications.

Pour répondre à cette problématique, ce manuscrit propose dans un premier chapitre un état de l'art des connaissances sur l'os humain et les méthodes de caractérisation de ces propriétés au cours du temps. Les compositions biochimique et structurale seront présentées de manière globale avant de s'intéresser à leurs évolutions, dans un premier temps du vivant de l'individu pour s'intéresser ensuite à l'évolution post mortem de l'os. Les méthodes de datation utilisées en pratique et celles expérimentales sont ensuite détaillées afin de comprendre les limites qu'elles posent et le besoin d'améliorer le diagnostic. Enfin une présentation des différentes méthodes de caractérisation ultrasonore sera détaillée afin de définir les axes de recherche des chapitres II et III.

Le chapitre II a pour but la caractérisation mécanique locale par des bancs d'essais déjà validés pour l'étude de l'os dans le domaine médical. Cette caractérisation de l'os se fera par un suivi des coefficients diagonaux de la matrice de rigidité sur plusieurs échantillons d'os humain de délais *post mortem* différents. Des études supplémentaires, notamment par une imagerie tomographique et par un suivi de densité, permettent de suivre l'état des différents échantillons humains en notre possession et d'assurer la comparabilité des individus entre eux.

Le chapitre III propose l'approche d'une caractérisation mécanique globale de l'os par ondes guidées. Le banc d'essai vibrométrique sera adapté à l'os et les traitements de signal seront présentés. Cette approche, bien que préliminaire, permettra de suggérer des pistes en réponse aux diverses limites d'une caractérisation locale (chapitre II) afin de préciser les perspectives sur une possible méthode de datation de l'os par ultrasons.

Finalement une conclusion générale fait la synthèse des travaux présentés dans les chapitres II et III et propose certaines perspectives pour la suite de ce travail. Ces perspectives pourront s'orienter vers la caractérisation mécanique d'individus d'une gamme de DPM plus restreinte ou vers l'amélioration du banc et des traitements des mesures vibrométriques sur l'os pour une approche non destructive.

Références

- [1] G. Quatrehomme, *Traité d'anthropologie médico-légale*. De Boeck, 2015.
- [2] A. Lemonnier, "Estimation de l'âge Anthropologie légale Faire parler le crâne et les os," pp. 1–13, 2012.
- [3] D. Lecomte, I. Plu, and A. Froment, "La biologie moderne, l'imagerie et la médecine légale : apports et limites dans l'étude des ossements," pp. 1103–1116, 2012.
- [4] E. Le Garff, "Taphonomie osseuse humaine au micro-scanner," Université du Droit et de la Santé - Lille II, 2018.
- [5] V. Sterzik, T. Jung, K. Jellinghaus, and M. Bohnert, "Estimating the postmortem interval of human skeletal remains by analyzing their optical behavior," *Int. J. Legal Med.*, vol. 130, no. 6, pp. 1557–1566, Nov. 2016.
- [6] F. Introna, G. Di Vella, and C. P. Campobasso, "Determination of postmortem interval from old skeletal remains by image analysis of luminol test results.," *J. Forensic Sci.*, vol. 44, no. 3, pp. 535–8, 1999.
- [7] A. Sillen, "Strontium and diet at Hayonim Cave," *Am. J. Phys. Anthropol.*, vol. 56, no. 2, pp. 131–137, Oct. 1981.
- [8] D. H. Ubelaker, B. A. Buchholz, and J. E. B. Stewart, "Analysis of artificial radiocarbon in different skeletal and dental tissue types to evaluate date of death," *J. Forensic Sci.*, vol. 51, no. 3, pp. 484–488, 2006.
- [9] A. N. Garland, "Microscopical analysis of fossil bone," *Appl. Geochemistry*, vol. 4, pp. 215–229, 1989.
- [10] C. J. Hackett, "Microscopical Focal Destruction (Tunnels) in Exhumed Human Bones," *Med. Sci. Law*, vol. 21, no. 4, pp. 243–265, Oct. 1981.
- [11] Y. Delannoy, "Caractérisation de la diagénèse osseuse en anthropologie médico-légale : étude macroscopique, spectrométrique et histomorphologique Introduction," 2016.
- [12] V. Urzel, "Apport de la Résonance Magnétique Nucléaire des solides a la caractérisation chimique et a la datation des os en anthropologie médico-légale," 2014.
- [13] N. Rodriguez-Florez, J. Oldknow, C. Farquharson, J. L. Millán, A. Boyde, and J. Sandra, "an Investigation of the Mineral in Ductile and brittle cortical mouse bone," vol. 30, no. 5, pp. 786–795, 2015.
- [14] J. J. Lim, "Thermogravimetric analysis of human femur bone," *J. Biol. Phys.*, vol. 3, no. 3, pp. 111–129, 1975.
- [15] L. D. Mkukuma, J. M. S. Skakle, I. R. Gibson, C. T. Imrie, R. M. Aspden, and D. W. L. Hukins, "Effect of the proportion of organic material in bone on thermal decomposition of bone mineral: An investigation of a variety of bones from different species using thermogravimetric analysis coupled to mass spectrometry, high-temperature X-ray diffraction," *Calcif. Tissue Int.*, vol. 75, no. 4, pp. 321–328, 2004.

- [16] J. D. Currey, "Role of collagen and other organics in the mechanical properties of bone," *Osteoporos. Int.*, vol. 14, no. 0, pp. 29–36, 2003.
- [17] K. Hasegawa, C. H. Turner, and D. B. Burr, "Contribution of collagen and mineral to the elastic anisotropy of bone," *Calcif. Tissue Int.*, vol. 55, no. 5, pp. 381–386, 1994.
- [18] M. Granke, Q. Grimal, A. Saïed, P. Nauleau, F. Peyrin, and P. Laugier, "Change in porosity is the major determinant of the variation of cortical bone elasticity at the millimeter scale in aged women," *Bone*, vol. 49, no. 5, pp. 1020–1026, Nov. 2011.
- [19] E. Bossy, M. Talmant, F. Peyrin, L. Akrouf, P. Cloetens, and P. Laugier, "An in vitro study of the ultrasonic axial transmission technique at the radius: 1-MHz velocity measurements are sensitive to both mineralization and intracortical porosity," *J. Bone Miner. Res.*, vol. 19, no. 9, pp. 1548–1556, 2004.
- [20] K. Raum *et al.*, "Bone microstructure and elastic tissue properties are reflected in QUS axial transmission measurements," *Ultrasound Med. Biol.*, vol. 31, no. 9, pp. 1225–1235, 2005.
- [21] X. Neil Dong and X. Edward Guo, "The dependence of transversely isotropic elasticity of human femoral cortical bone on porosity," *J. Biomech.*, vol. 37, no. 8, pp. 1281–1287, Aug. 2004.
- [22] E. B. Mohamed *et al.*, "Marble Characterization by Ultrasonic Methods," *Procedia Earth Planet. Sci.*, vol. 15, pp. 249–256, 2015.
- [23] A. Arciniegas, L. Martinez, A. Briand, S. Prieto, S. Serfaty, and N. Wilkie-Chancellier, "Experimental ultrasonic characterization of polyester-based materials for cultural heritage applications," *Ultrasonics*, vol. 81, pp. 127–134, Nov. 2017.
- [24] P. Lasaygues and M. Pithioux, "Ultrasonic characterization of orthotropic elastic bovine bones," *Ultrasonics*, vol. 39, no. 8, pp. 567–573, 2002.
- [25] E. Lefèvre *et al.*, "Analyzing the anisotropic Hooke's law for children's cortical bone," *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, vol. 49, pp. 370–377, Sep. 2015.
- [26] E. Lefevre, "Caractérisation multimodale des propriétés de l'os cortical en croissance," Ecole doctorale Sciences du Mouvement Humain, 2015.

Chapitre I De l'os humain à la datation *post mortem*

Sommaire

INTRODUCTION.....	9
I.1 COMPOSITION DU SQUELETTE HUMAIN.....	9
I.1.1 Classification des os.....	10
I.1.2 Organisation du tissu osseux.....	11
I.2 ÉVOLUTION DE L'OS AU COURS DE LA VIE	15
I.2.1 L'os en croissance.....	15
I.2.2 L'ostéoporose	16
I.3 ÉVOLUTION DE L'OS APRES LA MORT.....	17
I.3.1 La décomposition du corps	18
I.3.2 La diagenèse de l'os.....	18
I.4 LA DATATION POST MORTEM.....	21
I.4.1 Le contexte médico-légal.....	21
I.4.2 Datation pour des délais courts (< 1 an)	22
I.4.2.1 La thanatologie.....	22
I.4.2.2 L'entomologie	22
I.4.3 Datation pour des délais longs (> 1 an)	23
I.4.3.1 Méthodes colorimétriques	23
I.4.3.2 Méthodes radio-isotopiques.....	24
I.4.3.3 Méthodes chimiques.....	26
I.4.4 Vers une datation par méthodes ultrasonores.....	27
I.5 SYNTHÈSE	29
REFERENCES	31

Introduction

La datation *post mortem* de l'os humain est un domaine complexe puisqu'il dépend de nombreux paramètres ; qu'ils soient liés à l'individu comme son âge, son sexe, son ethnie, ou qu'ils soient environnementaux comme la température ou l'humidité. Dans son traité d'anthropologie médico-légale [1], pour souligner le caractère complexe de la datation *post mortem*, G. Quatrehomme écrivait : « L'évolution (*post mortem*) d'un corps est loin d'être univoque. L'évolution habituelle est la décomposition. Mais l'évolution vers adipocire ou la momification est loin d'être rare. [...] D'une façon générale, l'évolution d'un corps est très dépendante de l'environnement, cet environnement étant de triple nature : biologique, chimique et géologique. Autrement dit, il existe de nombreux paramètres, dont le dosage subtil et respectif peut aboutir à favoriser la décomposition, la momification ou l'adipocire. »

Avant de se pencher sur les méthodes de datation, appliquées ou non à l'os, ce chapitre présente la composition de l'os ainsi que ses fonctions. Il sera ensuite proposé l'évolution de l'os, que ce soit au cours de la vie de l'individu ou après sa mort. Enfin les principales méthodes de datation seront présentées : qu'elles correspondent à une datation à court terme portant sur la dégradation *post mortem* du corps dans sa totalité, ou à long terme où l'os est alors l'unique élément à dater.

I.1 Composition du squelette humain

Le squelette humain est composé de 206 os à l'âge adulte (contre environ 350 à la naissance) et remplit deux fonctions principales : le maintien des organes et leurs protections. Il supporte les contraintes mécaniques imposées par l'environnement et constitue la partie rigide du corps. Avec les ligaments, les tendons, les muscles et le cartilage, ils forment l'appareil locomoteur permettant à l'individu de se mouvoir dans l'espace. Outre ses fonctions mécaniques, l'os est un important stockage de sels minéraux grâce à ses fonctions homéostatiques et métaboliques : « Chaque os offre [...] le maximum de résistance aux contraintes mécaniques pour le poids minimum. [...] l'os est une réserve de calcium et en ions inorganiques, participant de façon très active à l'homéostasie » [1]. Il assure aussi la production

de cellules sanguines telles que les globules blancs et rouges grâce à ses fonctions hématopoïétiques assurées par la moelle osseuse.

Tout os du squelette est constitué de deux composantes structurelles : l'os cortical et l'os trabéculaire. L'os cortical constituant la surface externe de l'os est plus dense que l'os trabéculaire, plus poreux et dont la structure rappelle celle d'un nid d'abeille. En moyenne, la masse d'un os tient à 80 % de l'os cortical et à 20 % de l'os trabéculaire [2].

I.1.1 Classification des os

Bien qu'au point de vue macroscopique et microscopique leurs structures soient similaires (cf. I.1.2), les os peuvent être séparés en différentes familles en fonction de leurs formes externes [3] :

- **Les os longs** sont de formes tubulaires dont la longueur est nettement supérieure à sa largeur et composent les membres du corps (bras, jambes, doigts). Leur fonction physiologique est principalement le maintien du poids du corps puisque ce sont les os les plus résistants capables de subir les contraintes mécaniques. Un os long peut donc être vu comme un cylindre en son centre composé d'os trabéculaire et entouré d'un os plus dense nommé cortical. Ce cylindre – plus ou moins régulier en son centre – nommé diaphyse s'élargit à ses bords pour assurer la liaison avec le reste du squelette : ces bords sont appelés épiphyses (Figure I-1).
- **Les os courts** ont une forme cubique et se situent aux articulations, comme le poignet ou la cheville par exemple. Ces réseaux d'os courts permettent à ces liaisons une stabilité et une amplitude de mouvement. Leurs structures sont trabéculaires dans leur volume, entouré d'os cortical en périphérie (Figure I-1).
- **Les os plats** se trouvent proches des organes internes tels que le cerveau, le cœur ou les organes pelviens. Leurs formes aplaties permettent la protection de ces organes contre les chocs en s'organisant comme un bouclier autour d'eux (ex : le crâne, la cage thoracique ou le pelvis). Outre cette fonction protectrice, leurs dimensions laissent une large zone permettant aux muscles de se fixer. Ces os sont constitués de deux lames d'os cortical séparées par une couche d'os trabéculaire (Figure I-1).

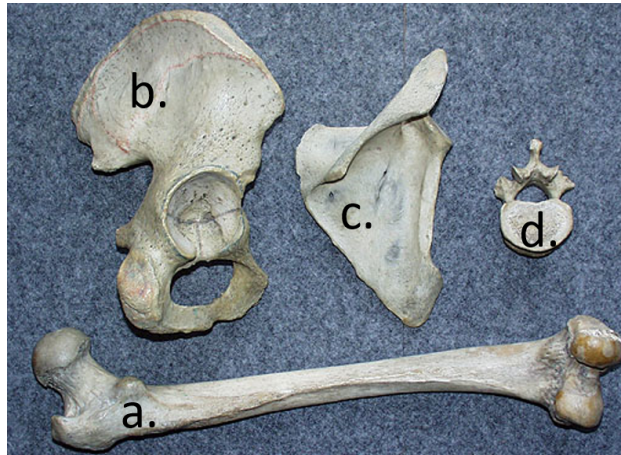


Figure I-1: Type d'os : a. Os long (ex : Fémur), b, c et d. Os courts (ex : b. os iliaque, c. omoplate et d. vertèbre)
Photographie d'Eric Walravens

- **Les os sésamoïdes** sont de formes rondes et sont intégrés à certains tendons. Ces os permettent de renforcer les tendons face aux tensions et à l'usure.
- **Les os irréguliers** ont aussi une fonction protectrice mais leurs formes atypiques empêchent de les classer dans une catégorie spécifique.

I.1.2 Organisation du tissu osseux

Bien que l'os ait une structure particulièrement complexe, elle possède une forte hiérarchisation. Cette structure peut être approchée en 6 niveaux d'organisations [4] en fonction de l'échelle d'investigation, comme illustré sur la Figure I-2 :

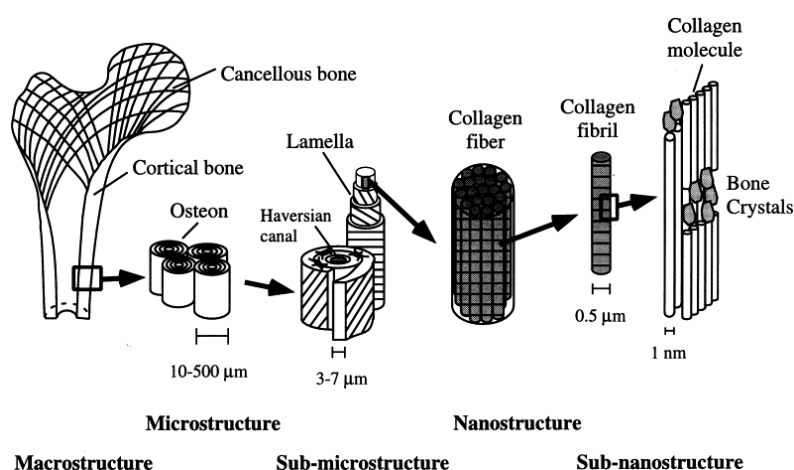


Figure I-2 : Structure de l'os pour 6 niveaux organisation (d'après [4])

- **Niveau 1** : l'os entier ; à ce niveau, les 206 os composant le squelette sont singuliers par leurs formes.

- **Niveau 2 ou Macrostructure** : à cette échelle, l'os cortical et os trabéculaire peuvent se différencier : l'os trabéculaire, qualifié de spongieux, est au centre de l'os entouré d'une couche plus dense nommée *corticale* (Figure I-3).

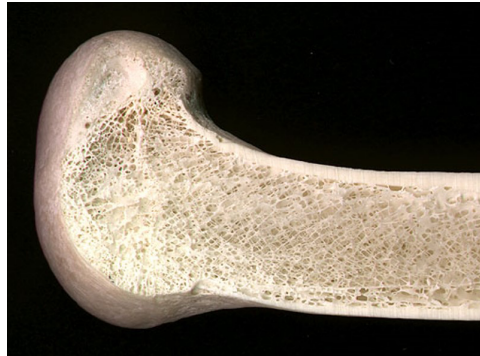


Figure I-3 : Epiphyse d'un os long ; l'os trabéculaire entouré d'os cortical. Photographie d'Erice Walravens.

- **Niveau 3 ou Microstructure** : à cette échelle, l'os est composé d'ostéons ; petit élément cylindrique de 10 à 500 μm , lui-même composé de fines lamelles osseuses enroulées sur elles (Figure I-4).

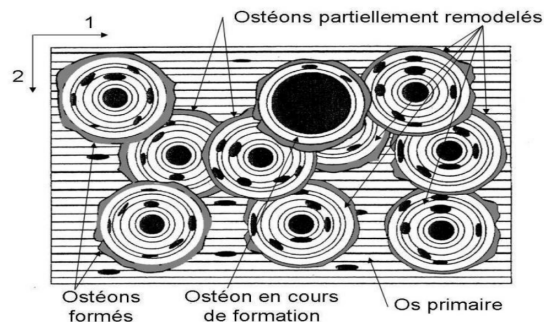


Figure I-4 : l'os cortical constitué d'os primaire et d'ostéons à plusieurs stades de renouvellement (d'après [5])

- **Niveau 4 ou Sub-microstructure** : les fines lamelles osseuses composant les ostéons sont des fibres de collagène organisées. Ces fibres sont dites « fibrillaires » dans un premier temps : elles sont alors à un état immature et se développent rapidement ($> 4 \mu\text{m}/\text{jour}$) ; elles sont temporaires. Ce type de fibre est créé à des étapes de développement osseux comme le développement fœtal, périnatal et lors de période de nécessité immédiate comme les fractures. Cependant, cette ébauche osseuse sert de base à des fibres plus organisées et appelées « lamellaires » : si ces fibres se développent plus lentement ($< 1 \mu\text{m}/\text{jour}$), elles assurent la solidité osseuse. Ces lamelles enroulées ont en leurs centres des cellules ostéocytes, assurant la résistance et la flexion de l'os et que l'on nomme *canal de Havers*. Ce

canal permet la circulation des nutriments (sang, lymphe) et des stimuli (fibres nerveuses); l'os cortical étant trop dense pour permettre une irrigation par vaisseaux sanguins (Figure I-5).

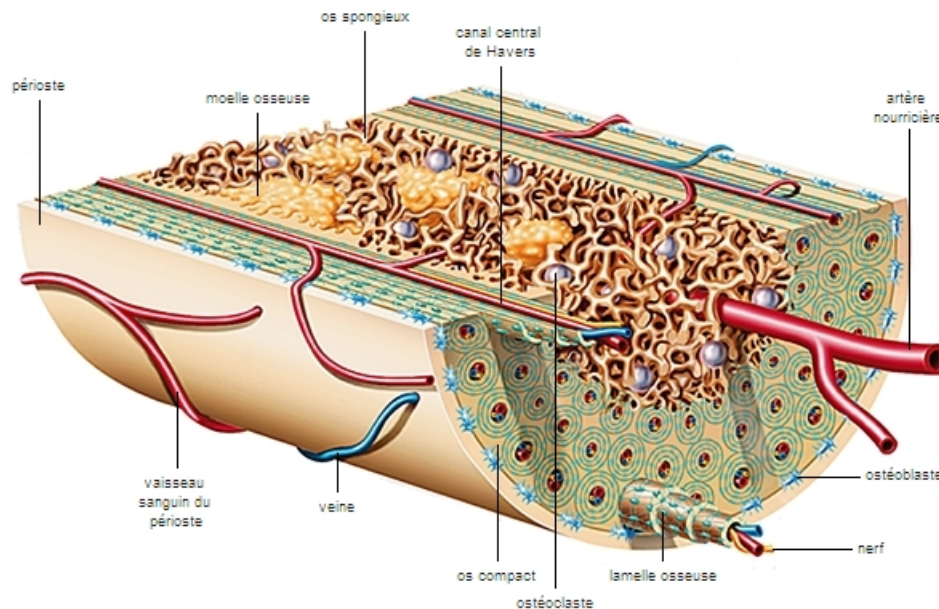


Figure I-5 : Structure d'une diaphyse osseuse. (Dessin François Poulain - Archives Larousse)

- Niveau 5 ou Nanostructure :** composition des fibres en fibrilles de $0,5 \mu\text{m}$ organisées entre elles (Figure I-6) et composées d'une matrice organique créée par les cellules ostéoblastes. Cette matrice organique est principalement composée de collagène [6]. Si les connaissances actuelles s'accordent sur le fait qu'il existe 28 types de collagène, certains présentent une organisation fibrillaire dont les plus représentatifs sont les types I, II, III, V et XI [7]. Cependant dans le cas de l'os, le type I représente 90 % de la matrice organique : ce collagène est composé de protéine : 31-37 % de glycine, 8-14 % de proline, 7-11% d'hydroxyproline ; la part restante étant composée 11-16 % d'azote, 30-45 % de carbone [8]. Les protéines non collagéniques représentent les 10 % restant de la matrice [9][10] et peuvent être séparées en 4 groupes : les glycoprotéines, les protéoglycanes, les protéines contenant de l'acide gamma carboxyglutamique et les protéines associées au sérum.

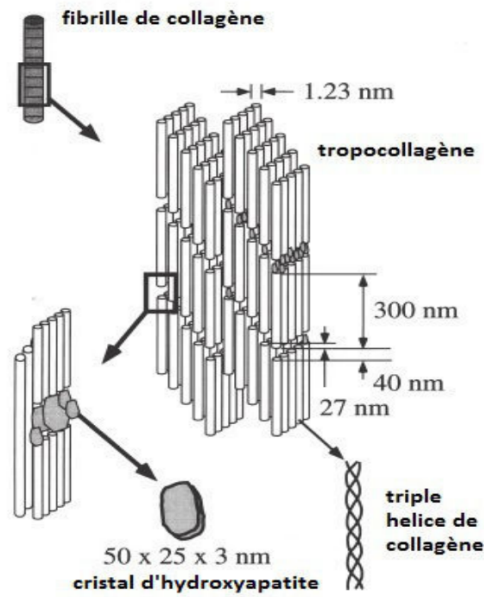


Figure I-6 : structure des fibres de collagène (d'après [4])

- **Niveau 6 ou Sub-nanostructure :** cette matrice collagénique sert d'hôte aux éléments inorganiques de l'os tels que l'hydroxyapatite cristallin ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) ou le calcium phosphate amorphe (CaPO_3).

En moyenne, les éléments organiques constituent 25% de la masse totale pour 32% à 44% du volume total, les éléments inorganiques ou minérales représentent 65% de la masse de l'os pour 33% à 43% du volume et l'eau vient compléter les 10% de masse restante pour 15% à 25% du volume [11].

I.2 Évolution de l'os au cours de la vie

L'os est un matériau vivant susceptible de s'adapter à l'environnement dans lequel évolue l'individu. Après l'adolescence pendant laquelle il se modifie, l'os évolue par un remodelage osseux, un processus de renouvellement et de réparation. Ce remodelage est régulé notamment par les hormones (testostérone pour l'homme et œstrogène pour la femme) et par les cytokines. L'efficacité du remodelage osseux diminue avec l'âge entraînant une perte de masse osseuse. Si cette perte n'est pas excessive, elle peut devenir pathologique, entraînant une augmentation du risque de fracture : cette pathologie, largement étudiée, est l'ostéoporose [12][13][14].

Dans le domaine médical, de nombreuses méthodes permettent l'étude de l'évolution de l'os qu'elle soit biochimique ou mécanique. Les études biochimiques [15][16] permettent de connaître la composition de l'os (lipides, protéines, acides aminés) alors que les études mécaniques s'intéressent à analyser sa structure : les études mécaniques étant celles d'intérêts dans ce manuscrit, une partie sera dédiée à la fin de ce chapitre à la présentation des méthodes utilisées.

I.2.1 L'os en croissance

De manière générale, l'individu fabrique la totalité de son capital osseux pendant les 25 – 30 premières années de sa vie [12]. La construction de ce capital osseux entraîne une évolution morphologique, biochimique et mécanique de l'os.

L'histomorphométrie est une technique utilisée sur l'os dans le cadre médical, particulièrement adaptée pour l'étude des ostéons [17][18][19] et distinguer des ostéodystrophies rénales par exemple. S'il n'est pas traité, ce phénomène lié à l'insuffisance rénale peut causer des douleurs osseuses et augmenter le risque de fracture. Elle nécessite un prélèvement osseux par biopsie ; ce prélèvement léger permet d'étudier n'importe quelle partie du squelette. Cette technique est alors appropriée pour l'étude de la croissance osseuse puisque plusieurs études histomorphométriques ont montrées une évolution de la géométrie des ostéons [20] ainsi qu'une diminution de la porosité [21][22][23].

Cette diminution est corrélée à une augmentation de la densité minérale osseuse [24][25][26] d'une part, et à celle des coefficients de rigidité [27] d'autre part. La matrice collagénique, immature au jeune âge, diminue au profit d'une matrice mature [28].

I.2.2 L'ostéoporose

L'ostéoporose est un problème physiologique entraînant une perte osseuse et donc une fragilité de la structure interne de l'os. Les causes connues pouvant engendrer une perte osseuse dépendent du mode de vie de l'individu :

- L'alimentation [12] est la base de l'apport en vitamine et en calcium. Des apports insuffisants engendrent une mauvaise construction osseuse : la recommandation de manger 5 fruits et légumes par jour a aussi cette optique, de rééquilibrer ces apports insuffisants de notre mode d'alimentation actuel.
- La consommation de tabac ou d'alcool est néfaste à la construction osseuse [29]. Si leurs effets ne sont pas parfaitement compris, il a été montré qu'ils altèrent la création du capital osseux chez l'adolescent, diminuent la masse osseuse chez l'adulte et favorisent l'ostéoporose.
- L'activité sportive sollicite les os et donc favorise le développement de la masse osseuse. À l'inverse une activité sédentaire limite ce développement.

L'ostéoporose est souvent associée à la ménopause chez la femme ; l'arrêt de production hormonale, régulatrice du remodelage osseux, engendre une perte osseuse plus fréquemment que chez l'homme. De par l'importance de ce problème répandu, de nombreuses recherches sont effectuées dans le domaine médical pour diagnostiquer l'ostéoporose [30][31] : les principales méthodes utilisées sont l'imagerie par rayons X (X-rays) qui permettent d'imager la densité osseuse du patient, ou les ultrasons quantitatifs (QUS) qui donnent accès aux informations de rigidité et d'élasticité de l'os en fragilité [32][33].

I.3 Évolution de l'os après la mort

À la mort de l'individu, le corps entre dans une phase de décomposition (Figure I-7). Ce phénomène peut être divisé en deux : d'une part l'autolyse, une dégradation cellulaire propre à l'arrêt de la vie, et d'autre part la putréfaction, action des bactéries et de la fermentation. Ces deux processus aboutissent à la squelettisation et à la fossilisation de l'individu [34] : l'autolyse aboutit – si elle est complète – à une perte des derniers tissus mous servant d'articulation. Les os retrouvés en Europe sont en grande majorité dans cet état, par opposition aux momies antiques connues pour leur très bonne conservation [35]. Passé cette étape, l'os entre dans une nouvelle phase d'altération physico-chimique appelée diagenèse [36].

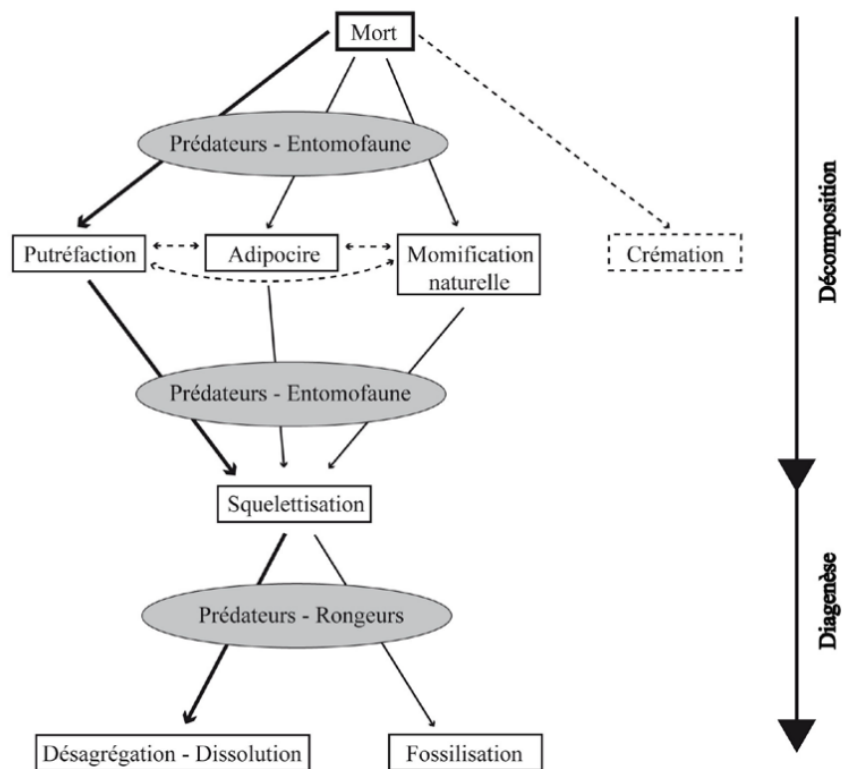


Figure I-7 : étape de décomposition d'un cadavre (d'après [37][35])

I.3.1 La décomposition du corps

L'autolyse du corps démarre quelques heures après la mort de l'individu : le manque d'oxygène, lié à l'arrêt cardiaque et à l'arrêt de la circulation sanguine, provoque une pâleur des tissus suivi d'un relâchement des muscles et d'une diminution du pH intracellulaire. Cette dégradation provoque une rupture des membranes cellulaires, libérant des molécules qui seront utilisées comme nutriments par les micro-organismes acteurs de la putréfaction [35]. La baisse du pH dans le sang provoque la rigidité cadavérique, un des signes positifs de la mort diagnostiqué lors de l'autopsie [1].

Plusieurs paramètres influencent la vitesse de l'autolyse et de la putréfaction (température, humidité, milieu ouvert, corps à l'air libre, présence d'habits), cependant toutes les parties du corps ne se dégradent pas au même moment : la présence d'eau nécessaire à l'hydrolyse et la facilité d'accès à la faune extérieure sont des facteurs déterminants. Les organes liés à la digestion (intestin, estomac, pancréas, foie) sont les premières victimes de la décomposition, suivis des voies respiratoires qui sont considérées comme les « portes d'entrée » du corps. Par ordre chronologique de dégradation, viennent ensuite les reins et la vessie, le cerveau et les tissus nerveux et enfin les muscles squelettiques. Les tissus conjonctifs et les téguments étant constitués de protéines collagéniques, leur hydrolyse est lente : ce sont les derniers éléments à se décomposer et peuvent même persister quelques années en fonction des paramètres de conservation.

I.3.2 La diagenèse de l'os

La diagenèse regroupe les altérations physico-chimiques de l'os après la disparition des tissus mous lorsqu'il est soumis aux altérations de l'environnement. Ce processus naturel agit sur les proportions des composés organiques (collagène, ADN, lipides) et inorganiques (hydroxyapatite) ainsi que sur leurs structures [38]. La compréhension de ces phénomènes est complexe à caractériser puisque les facteurs environnementaux diffèrent d'un individu à l'autre et que peu d'études larges ont été réalisées sur un grand panel d'individus (ex : étude de 189 individus dans plusieurs environnements maîtrisés [39]) : le résultat de chaque étude donne alors une vision partielle des phénomènes, dépendant des individus et des lieux de conservation.

Les études prospectives portant sur la diagenèse permettent de mieux comprendre l'influence de paramètres spécifiques comme le pH, la présence d'insectes, la température [40] : si en France le cadre légal ne permet pas de disposer de cadavre à sa guise et nécessite des accords avec les institutions médico-légales ou les services d'anthropologie, plusieurs « fermes de corps » existent aux États Unis, en Inde et en Australie et permettent un suivi de l'altération des corps à grande échelle.

Les études rétrospectives, plus nombreuses, permettent cependant de définir 5 marqueurs d'altération liés à la diagenèse [41][42] :

- **Les modifications histologiques** : L'histologie (venant du grec « discours » et « tissu ») est l'étude d'une coupe de tissus biologiques par microscope. Dans le cas de la diagenèse, ces études permettent de suivre l'évolution des ostéons composant l'os lamellaire [43]. Les modifications de structure peuvent prendre plusieurs formes :
 - *Des tunnels* [44] liés à une perte en collagène et hydroxyapatite avec des zones hyper-minéralisées,
 - *Des inclusions* rassemblant des dépôts fongiques, de sable, de pyrite dans les espaces osseux vides,
 - *Des infiltrations* de matériel exogène ferreux,
 - *Des fissures* larges touchant le canal Haversien causées par des paramètres environnementaux (température, humidité), ou restreintes touchant l'ostéon causées par le remodelage organo-minéral.
- **La perte de collagène** : L'altération et la perte du collagène peuvent être dues à des attaques microbiennes une fois que les parties de l'os sont accessibles. Cependant, l'os peut aussi dans certains cas ne présenter aucune modification structurelle majeure : la perte de collagène est alors due à un mécanisme d'hydrolyse rendant le collagène soluble [45]. Cette perte peut être étudiée par une analyse du ratio minéral/organique de l'os ; la matrice organique de l'os étant composée principalement de collagène et d'hydroxyapatite, l'augmentation du ratio minéral est significative d'une perte organique [15][46][26]. Le collagène étant composé de protéine, l'analyse de la teneur protéinique permet une étude quantitative et qualitative du collagène [15][16][47].

- **La modification de la cristallinité :** La perte et restructuration du collagène lors de la diagenèse impliquent que la partie inorganique contenue dans la matrice osseuse se réorganise : l'hydroxyapatite subit un phénomène de cristallisation ou de dissolution des petits cristaux due à une instabilité de la matrice minérale [48]. Le développement des méthodes par rayons X a permis une étude de plus en plus poussée de la cristallinité dans l'os : par diffraction de rayons X [49][50], par spectrométrie infrarouge [51] ou par spectrométrie Raman [52].
- **L'évolution de la porosité :** Les modifications histologiques présentées plus haut ainsi que la perte de collagène entraînent une évolution de la porosité de l'os. Cette évolution peut être quantifiée par une saturation en son sein d'eau [41], de mercure ou d'azote [48]. Une étude tomographique permet aussi de quantifier la taille des pores [53].
- **La teneur en carbonate :** La carbonatation est un phénomène naturel, agissant sur l'apatite dans l'os : les ions OH^- de l'hydroxyapatite peuvent être remplacés dans le temps par des ions carbonates CO_3^{2-} [54][55]. Au cours de la diagenèse, la carbonatation diminue avec la recristallisation de la phase minérale. Les ratios carbonate/phosphate permettent un suivi de cette carbonatation et peuvent être obtenus par spectrométrie.

I.4 La datation post mortem

I.4.1 Le contexte médico-légal

A l'ouverture d'une enquête, quantité d'informations individualisantes sont collectées sur la victime pour définir son profil biologique et à terme obtenir des informations sur le/les criminels. Lorsque de la victime ne reste que les os, une des informations fondamentales à obtenir est le *délai post mortem* (DPM) ; le temps entre le meurtre et la découverte du cadavre. Ce délai détermine la suite légale ou non de l'enquête : lorsque ce délai dépasse 20 ans – appelé le délai de prescription – un tribunal n'acceptera pas les preuves (Code de procédure pénale : Article 7).

Ce délai de prescription assure une certaine efficacité de la justice aux yeux des concernés – famille de la victime, potentiels suspects – puisqu'une enquête ne peut rester ouverte indéfiniment. Il impose ainsi de focaliser les moyens d'investigation sur les affaires récentes. Cependant, les méthodes actuelles pour l'estimation du DPM ne sont pas toujours concluantes pour un tribunal : celles-ci étant parfois biaisées par des conditions de conservation non standard [56][57].

Cette partie présente les différentes méthodes de datation du corps humain, qu'elles soient utilisées en pratique par la police scientifique ou pour des recherches en laboratoire. Une distinction sera faite entre les méthodes à court terme et celle à long terme. D'une part, la notion de court terme est principalement associée au délai de dégradation du corps (environ 1 an) et d'autre part, la notion de long terme s'intéresse aux restes osseux, seuls éléments restant une fois la dégradation du corps terminée.

I.4.2 Datation pour des délais courts (< 1 an)

I.4.2.1 La thanatologie

La thanatologie (du grec *thanatos* le dieu de la mort) est la science étudiant les mécanismes de la mort. Lors d'une enquête, le médecin légiste cherche dans un premier temps à confirmer la mort de l'individu et/ou à infirmer sa vie ; on parle alors de preuves positives de la mort ou de preuves négatives de la vie [1].

- **Algor mortis** : L'*algor mortis* décrit la chute de température du corps après la mort de l'individu. La température, dont la valeur *ante mortem* est considéré chez l'homme de 37 °C, diminuera dans les 30 à 270 minutes après la mort avant de croître jusqu'à la température du lieu. La température peut être mesurée à plusieurs sites anatomiques : le cerveau, la surface de la peau, les cavités nasales, les cavités auriculaires, le creux axillaire, le rectum et les organes internes. Celle-ci dépend du site choisi, mais aussi de l'individu ainsi que de son activité avant sa mort.
- **Rigor mortis** : La *rigor mortis*, ou rigidité cadavérique, intervient après la contraction des fibres musculaires à la suite de la mort de l'individu ; elle apparaît dans les 6 heures qui suivent le décès et peut se maintenir 36 heures avant de se dissiper. Bien qu'elle serve de preuve positive de la mort, elle n'est pas utilisée pour la datation *post mortem* car sa vitesse d'apparition dépend fortement de l'environnement.
- **Livor mortis** : Les *livor mortis*, ou lividités cadavériques, se représentent par une rougeur de la peau aux endroits où le sang stagne due à l'absence de circulation sanguine. Bien que cette coloration évolue dans le temps et dépende donc de l'intervalle *post mortem* – rendant possible une classification par colorimétrie jusqu'à 48 heures – cette étude est trop dépendante des conditions *pré mortem* pour être utilisée à des fins de datation.

I.4.2.2 L'entomologie

L'entomologie est l'étude de la prolifération de la faune et de la flore se développant dans l'organisme après la mort [35]. Elles consistent, dans les quelques semaines après la mort, à observer les larves et œufs pondus dans l'organisme. Le temps de gestation étant connu, ces études permettent d'approcher une date avant laquelle la mort n'a pu être causée [58]. Ces techniques sont cependant limitées puisque l'accessibilité du corps joue un rôle important dans la colonisation du corps par des organismes extérieurs, mais elles permettent une transition entre les méthodes de datation à court terme et celles à long terme.

I.4.3 Datation pour des délais longs (> 1 an)

I.4.3.1 Méthodes colorimétriques

Les méthodes colorimétriques appliquées à l'os ont pour principe de faire réagir un composé organique présent dans l'os et d'estimer sa concentration par la couleur obtenue après réaction. Les composés organiques se dégradant avec la diagenèse, cette couleur évolue en fonction du délai *post mortem*. Ces méthodes ont toutes des limites quant à leurs diagnostics, cependant elles furent les premières mises en place pour l'estimation du DPM. Trois d'entre elles sont présentées :

- **Le bleu de Nil et l'indophénol** : Le bleu de Nil et l'indophénol sont deux colorants biologiques réagissant différemment au DPM de l'os en fonction de son pH et de sa teneur en lipides [59]. Plus l'os est ancien et plus il réagit au bleu de Nil. Le constat est inverse pour la sensibilité à l'indophénol [60] : plus l'os est jeune et plus il réagit à ce produit. Cette méthode, mise en place par *Steffen Berg* en 1963, pose certains problèmes quant à sa répétabilité, notamment sa précision pour des os de moins de 100 ans et l'interprétation visuelle de l'opérateur. Des travaux plus récents [61] proposent l'usage d'un colorimètre pour s'affranchir du biais opérateur.

Le principe de ces méthodes colorimétriques est de plonger un échantillon d'os cortical dans un bain de bleu de Nil ou d'indophénol pendant 10 minutes. Après séchage, l'échantillon est ensuite placé dans une solution d'acide acétique à 1% pendant 12 heures pour permettre la différenciation : 30 mesures au colorimètre sont effectuées pour des localisations aléatoires afin d'homogénéiser la mesure. La moyenne de ces mesures est ensuite comparée à un échantillon non coloré pour effectuer le diagnostic (Figure I-8).

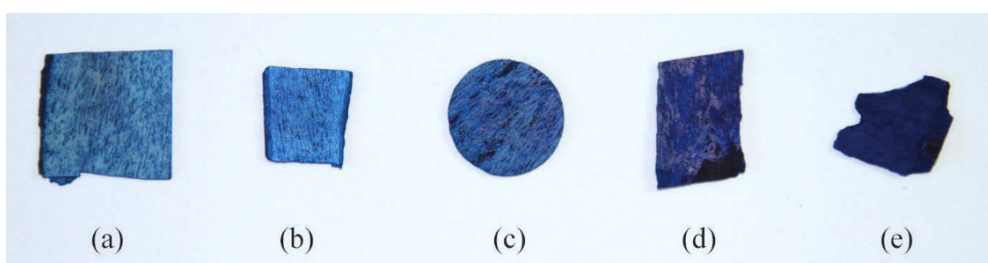


Figure I-8 : Datation au bleu de Nil (a) 15 ans, (b) 25 ans, (c) 75 ans, (d) 110 ans et (e) 6000 ans [62]

- **La fluorescence par UV :** La fluorescence par UV est une technique permettant d'identifier le DPM d'un os en fonction de sa couleur [63]. Le collagène, présent dans la partie organique de l'os, a une réponse bleue qui diminuera au fur et à mesure de sa dégradation lors de la diagenèse, laissant à l'os une couleur brun/jaune puis gris. Selon N. Hoke et al. [64], cette technique permet une différenciation entre des échantillons osseux anthropologiques et archéologiques (< 60 ans ou > 90 ans) cependant n'est pas assez précise pour distinguer différents échantillons récents de DPM proches du délai de prescription (1 à 50 ans) [65].
- **La chimiluminescence :** La chimiluminescence pour la datation osseuse consiste en l'étude de la perte de protéine hémoglobine par sa réaction au luminol [66][67][68]. Cette perte s'opère pour des DPM courts de moins de 60 ans et peut permettre une distinction entre os récents (100% de réaction pour des DPM inférieur à 3 ans) et os anciens (0% de réaction pour des os de DPM de plus de 80 ans). Cependant la datation précise au luminol reste complexe : 42% des os d'un DPM entre 10 et 35 ans ne réagissent plus. Cette méthode est cependant utilisée pour la détection de traces de sang invisibles à l'œil nu lors de scène de crime.

I.4.3.2 Méthodes radio-isotopiques

Les méthodes radio-isotopiques mettent en évidence les taux des radio-isotopes encore présents dans le corps après la mort. Ces radio-isotopes s'accumulent dans le corps humain durant la vie grâce à son alimentation et se transforment progressivement en isotopes plus stables après la mort de l'individu ; ces isotopes radioactifs seraient moins affectés par la diagenèse que les autres composants utilisés pour la datation. On distingue par ailleurs plusieurs types d'isotopes : ceux existant naturellement et ceux produit artificiellement par les activités nucléaires.

- **Le carbone 14 :** Le C_{14} , ou *radiocarbone*, est un isotope radioactif du carbone présent dans tout organisme vivant en faible quantité dont la proportion est connue. À la mort de l'individu, les échanges avec l'extérieur s'arrêtent et le renouvellement du C_{14} ne s'opère plus, induisant une décroissance exponentielle connue du C_{14} . Le rapport C_{14}/C_{Total} permet alors une estimation du DPM pour des délais de moins de 50 000 ans.

Cependant, si cette méthode est abondamment utilisée en archéologie, l'action humaine au cours des derniers siècles par l'industrialisation a modifié la teneur

totale du C_{14} . Les essais nucléaires entre 1950 et 1963 ont notamment fait doubler le taux de radioactivité dans l'atmosphère (Figure I-9). Le pic du taux de C_{14} est atteint en 1963 et ce taux diminue progressivement en restant supérieur au taux de 1950 permettant une distinction en datation entre les individus nés avant 1950 et ceux nés après cette date [69][68]. On peut alors distinguer 3 périodes pour une datation : une « non moderne » antérieure à l'année 1650, une « pré moderne » entre 1650 et 1950 et une « moderne » postérieure à 1950.

L'analyse du C_{14} permet alors une datation pour des DPM courts avec une précision de plus ou moins deux ans [70][68], résultat aussi acceptable qu'éphémère puisque le taux de C_{14} diminue et se rapproche du taux de 1950. Dans quelques années, les individus ne présenteront plus de différences significatives de C_{14} et, par conséquent, la précision de la datation va progressivement se dégrader [56]. Sans évènement nucléaire dans les prochaines décennies (ce qui est souhaitable), cette méthode est amenée à disparaître pour l'étude de squelettes récents. De plus, ces méthodes de datation sont relativement onéreuses et ne permettent pas un usage quotidien.

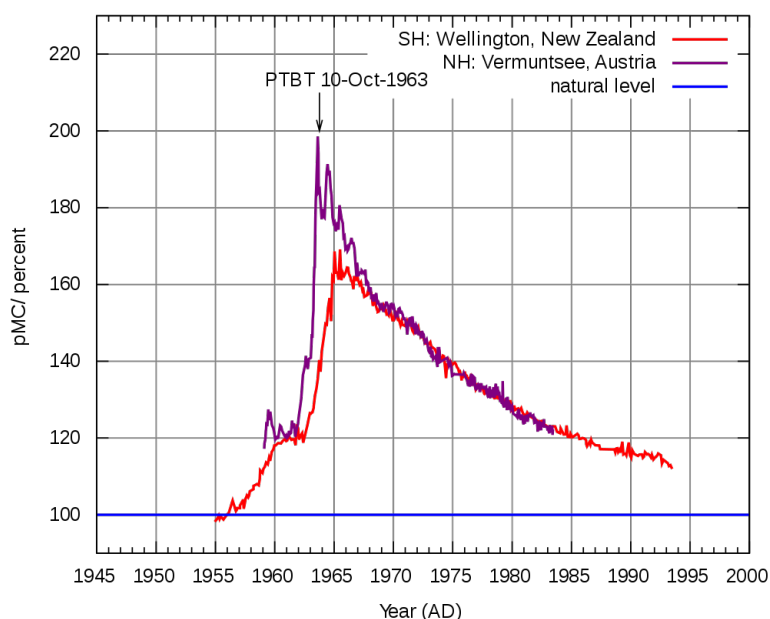


Figure I-9 : Pic de carbone 14 après les essais nucléaires des années 1950-1960 (Auteur Hokanomono, source [71])

- **Le strontium** : Le strontium (Sr) fait partie des radionucléides rejetés dans l'atmosphère par l'homme au cours des essais nucléaires. N'ayant pas de fonction métabolique, il est peu ou pas métabolisé par le corps et est donc présent dans la

matrice osseuse minérale [72]. En vue d'une datation, il est possible de différencier les individus ayant vécu avant 1950 de ceux plus récents. La demi-vie du strontium est de 29,5 ans : comparée à celle du C_{14} de 5730 ans, elle est plus adaptée aux délais courts d'intérêt dans le cas d'une enquête criminelle. Cependant, de nombreuses réserves demeurent quant à l'estimation précise d'un DPM en particulier à cause des contaminations du sol pouvant altérer le taux de strontium [73]. D'autres radionucléides issus des essais nucléaires peuvent être utilisés – comme le plutonium 238 ou le césium 137 – cependant les mêmes limites se posent pour une datation d'échantillons récents [73].

- **Le plomb :** Le plomb 210 fait partie des radionucléides naturels et est, comme le strontium, introduit dans la matrice osseuse sans être métabolisé. Sa demi-vie de 22,5 ans lui permet d'être utilisé pour des datations à court terme, même si sa quantité dépend de facteurs personnels limitant son usage (tabagisme, consommation de fruit de mer ...).

I.4.3.3 Méthodes chimiques

- **Dégradation organique :** Lors de la diagenèse, les éléments protéiniques diminuent avec les composés organiques. Des travaux ont été menés dans le but d'étudier la concentration protéinique dans l'os [74]. Cette étude a montré que la diminution des protéines se corrélait à une diminution des lipides présents sans cependant réussir une bonne corrélation avec le délai *post mortem*. D'autres études plus récentes montrent qu'une corrélation avec l'âge *pré mortem* de la victime en rappelant que ces travaux étaient limités pour le diagnostic *post mortem* : il serait nécessaire d'avoir plus d'informations sur les individus étudiés ainsi que de questionner les régulations éthiques et légales de ces recherches.
- **Dégradation minérale :** La partie minérale de l'os est moins influencée par le temps que les composés organiques. Certains composés (fluor, sodium, magnésium, calcium, phosphate, citrate) évoluent lentement dans le temps et sont moins influencés par les conditions climatiques [75]. Le cas du citrate semble prometteur bien que les variations lentes laissent penser qu'une méthode de datation au citrate conviendrait à des os de DPM de plus de 100 ans [76].
- **Dégradation organo-minérale :** Lors de la diagenèse, la partie organique diminue plus rapidement que la partie minérale : des études organo-minérales par

spectroscopie ont été réalisées pour estimer des ratios organique/minérale en vue d'une datation *post mortem*. La spectroscopie infrarouge [77][78] permet déjà une distinction entre des os dits « récents » d'intérêt forensique (20 – 30 ans) et des os archéologiques (> 200 ans) grâce au suivi de la cristallinité et de la carbonatation. D'un point de vue optique, la spectroscopie Raman est utilisée dans de récentes études pour mieux définir des paliers de DPM ; comme la limite entre des os récents [79] et archéologiques [80][81][82].

La thèse de Y. Delannoy, soutenue en 2016, s'est d'ailleurs intéressée à ces questions de datation *post mortem* par spectrométrie Raman [83] ; portant essentiellement sur l'évolution organo-minérale de l'os lors de la diagenèse. Cette étude a montré une diminution du ratio organique/minéral de l'os, de la carbonatation et une augmentation de la cristallinité. Cependant, elle n'interroge que des os récents (< 2 ans) laissant des perspectives sur des échantillons plus anciens.

Le collagène est donc l'un des éléments influencés par la diagenèse de l'os suivi pour la datation *post mortem*. Bien qu'aucune étude à notre connaissance à ce jour ne propose de méthode de datation *post mortem* par ultrasons, plusieurs auteurs suggèrent l'influence du collagène dans la propagation des ondes ultrasonores dans l'os [14][36]. L'hypothèse à l'origine de cette thèse est de pouvoir suivre la diagenèse de l'os par une méthode acoustique permettant l'étude des signatures ultrasonores de l'os.

I.4.4 Vers une datation par méthodes ultrasonores

Une étude mécanique, qu'elle soit destructive (traction/flexion [84][85][86][87][88]) ou non destructive (ultrasons [89]) cherche à caractériser un matériau par son comportement lorsqu'il est soumis à une contrainte. Dans le cas d'une caractérisation non destructive par ultrasons, les contraintes appliquées aux matériaux sont considérées en régime élastique (en opposition au régime plastique) : le matériau, une fois les contraintes retirées, reprend sa forme initiale sans modification de ses propriétés.

Le domaine médical s'intéresse depuis de nombreuses années aux méthodes ultrasonores pour ses propriétés non létales et peu onéreuses (par rapport à des méthodes par rayons X par exemple) : l'intérêt pour ces méthodes est souligné par le nombre de thèses récentes dédiées à la compréhension des interactions os/ultrasons [90][11]. L'os étant l'élément du corps humain

amené à supporter les contraintes extérieures, les études mécaniques sont alors parfaitement appropriées à la caractérisation de la santé osseuse. La principale difficulté d'une étude mécanique appliquée à l'os est la complexité du matériau : d'une part l'os est hétérogène, anisotrope et viscoélastique [89] et d'autre part c'est un matériau vivant, propre à l'individu dont il est extrait. Les études ultrasonores appliquées à l'os peuvent alors prendre différentes formes en vue de simplifier les modèles utilisés.

La première distinction entre les études ultrasonores est le conditionnement appliqué à l'os. A ce titre, trois types de conditionnement peuvent être considérés :

- *In vivo* (« au sein du vivant ») pour l'étude de l'os vivant au sein du corps humain [91][92] ; à ce moment il est nécessaire de tenir compte de la structure multicouche composée du tissu osseux et de la peau.
- *Ex vivo* (« hors du vivant ») pour l'étude de l'os juste après un prélèvement de l'individu, ou maintenu en survie après le prélèvement [93][92][94].
- *In vitro* (« sous verre ») pour l'étude de l'os hors du patient sans nécessité de préserver l'environnement du vivant [95]. Pour ce type de conditionnement, de nombreuses études délaissent le modèle viscoélastique complexe pour un modèle simplement élastique. Le cadre de ce manuscrit étant l'étude de l'évolution *post mortem* de l'os, le type de conditionnement retenu sera *in vitro*.

Si toutes les méthodes de caractérisation ultrasonore appliquées à l'os ont pour base commune l'émission d'ultrasons dans le matériau, un grand nombre d'entre elles considère une vision locale de l'os [96][97][98][99][100][101][102][103] : l'analyse est alors réalisée par une mesure de temps de vol (Time-of-flight, TOF en Anglais) de l'onde dans le matériau qui, associé à un modèle d'anisotropie, permet d'estimer les constantes élastiques du matériau. La dimension locale prend sens si l'onde dans l'os parcourt une petite distance (quelques millimètres) : ce point permet d'éviter des erreurs de diagnostic dues notamment à des obstacles sur le chemin de l'onde (fissure, porosité forte). Cependant l'os étant hétérogène, la mesure de paramètres identifiants de l'os peut dépendre de cette localisation [104][84] limitant le passage d'une mesure locale à un diagnostic global.

Pour se défaire de ce biais, plusieurs études proposent une étude par ondes guidées appliquées à l'os [105][106][107] ou à un fantôme d'os [108][92]. Ces études ont plusieurs intérêts comme une vision plus globale de l'os ou la génération de paramètres modaux. Ces études posent aussi certains problèmes : aux différents modèles d'anisotropie possibles se rajoutent les différents modèles géométriques (plaque ou tube [109]).

I.5 Synthèse

La datation *post mortem* est un élément clef dans les enquêtes criminelles. Lorsqu'il ne reste de la victime que les os, elle permet à la justice de se positionner sur la légalité de l'ouverture d'une enquête, ou si le délai de prescription est passé. Le *délai post mortem* est alors l'une des informations à avoir en priorité avant d'entamer des études complexes et coûteuses.

Depuis de nombreuses années, le monde scientifique cherche une méthode de datation précise (de l'ordre de l'année pour un intervalle autour du délai de prescription de 1 à 50 ans) et si possible à faible coût : les solutions classiquement apportées étudient la dégradation organo-minérale au cours de la diagenèse. Cependant, ces techniques se trouvent limitées par le caractère complexe de l'os humain : les différences entre chaque individu – qu'elles soient d'âge, de sexe, d'ethnie, de culture – s'ajoutant aux différences d'environnement *post mortem* – température, humidité, immersion – rendent les diagnostics complexes sans autres informations. À cela s'ajoutent des difficultés à avoir des échantillons contrôlés : le travail sur des échantillons humains pose certaines questions éthiques en France rendant difficile un travail sur de larges populations. Dans notre cas, les échantillons d'os proviennent d'enquêtes closes ou en cours : bien que seul l'information de délai *post mortem* nous ait été transmise, les anthropologues judiciaires de l'IRCGN assurent la comparabilité des âges *pré mortem* de la population d'os fournie.

Les solutions apportées jusqu'alors sur cette question ne s'intéressent pas à l'évolution mécanique de l'os après la mort ; les études mécaniques sur l'os étant souvent consacrées au domaine médical. Cependant des évolutions mécaniques *post mortem* pourraient être attendues aux vues des dégradations organo-minérales que subit l'os. Cette thèse tend justement à montrer la possibilité future d'une datation mécanique non destructive de l'os notamment en étudiant les signatures ultrasonores.

Une première approche est proposée dans le chapitre II en utilisant des méthodes ayant déjà fait leurs preuves pour la caractérisation osseuse dans le domaine médical : l'intérêt de ce chapitre est d'évaluer l'anisotropie de l'os *post mortem* localement pour savoir si une distinction récent/ancien est possible et de définir, si cette distinction est significative, l'intervalle *post mortem* susceptible d'être étudié par une caractérisation mécanique.

La deuxième approche présentée dans le chapitre III tentera de corriger les biais possibles de l'étude locale présentée dans le chapitre II en proposant une étude globale de l'os par des ondes guidées. Cette étude, plus complexe d'un point de vue traitement de signal, permettra de juger les perspectives quant à une méthode de datation par caractérisation mécanique ultrasonore.

Références

- [1] G. Quatrehomme, *Traité d'anthropologie médico-légale*. De Boeck, 2015.
- [2] S. J. Hall, *Basic Biomechanics, sixth edition*. McGraw-Hill, 2012.
- [3] T. D. White and P. A. Folkens, *The Human Bone Manual*. Elsevier, 2005, 2005.
- [4] J. Y. Rho, L. Kuhn-Spearing, and P. Zioupos, "Mechanical properties and the hierarchical structure of bone," *Med. Eng. Phys.*, vol. 20, no. 2, pp. 92–102, Mar. 1998.
- [5] L. Henry, "Approche micromécanique de l'os cortical : mesures de champs et simulation numérique," Ecole centrale Paris, 2006.
- [6] S. Viguet-Carrin, P. Garnero, and P. D. Delmas, "The role of collagen in bone strength," *Osteoporos. Int.*, vol. 17, no. 3, pp. 319–336, 2006.
- [7] P. G. Robey and A. L. Boskey, "The composition of bone," in *Primer on the Metabolic Bone Diseases and Disorders of Mineral Metabolism*, 7th ed., John Wiley & Sons, Ed. 2009, pp. 32–34.
- [8] C. A. M. France, D. B. Thomas, C. R. Doney, and O. Madden, "FT-Raman spectroscopy as a method for screening collagen diagenesis in bone," *J. Archaeol. Sci.*, vol. 42, no. 1, pp. 346–355, 2014.
- [9] J. Huang, X. Wang, T.-L. Zhang, and K. Wang, "Alterations of ovariectomized rat bone and impact of non-collagenous proteins on mineralization," *Jt. Bone Spine*, vol. 76, no. 2, pp. 176–183, Mar. 2009.
- [10] G. E. Donley and L. A. Fitzpatrick, "Noncollagenous Matrix Proteins Controlling Mineralization," *Trends Cardiovasc. Med.*, vol. 8, no. 5, pp. 199–206, Jul. 1998.
- [11] E. Ogam, "Caractérisation ultrasonore et vibroacoustique de la santé mécanique des os humains," Université de Provence - Aix-Marseille I, 2007.
- [12] V. Breuil and L. Euller-Ziegler, "Nutrition and bone aging: Osteoporosis," *Nutr. Clin. Metab.*, vol. 18, no. 4, pp. 212–218, 2004.
- [13] T. J. Beck, C. B. Ruff, W. W. Scott, C. C. Plato, J. D. Tobin, and C. A. Quan, "Sex differences in geometry of the femoral neck with aging: A structural analysis of bone mineral data," *Calcif. Tissue Int.*, vol. 50, no. 1, pp. 24–29, 1992.
- [14] J. D. Currey, "Role of collagen and other organics in the mechanical properties of bone," *Osteoporos. Int.*, vol. 14, no. 0, pp. 29–36, 2003.
- [15] N. Rodriguez-Florez *et al.*, "an Investigation of the Mineral in Ductile and brittle

- cortical mouse bone,” vol. 30, no. 5, pp. 786–795, 2015.
- [16] G. Abdel-Maksoud, “Comparison between the properties of ‘accelerated-aged’ bones and archaeological bones,” *Mediterr. Archaeol. Archaeom.*, vol. 10, no. 1, pp. 89–112, 2010.
- [17] C. A. M. Kulak and D. W. Dempster, “Bone histomorphometry: a concise review for endocrinologists and clinicians,” *Arq. Bras. Endocrinol. Metabol.*, vol. 54, no. 2, pp. 87–98, 2010.
- [18] J. D. Hernandez, K. Wesseling, R. Pereira, B. Gales, R. Harrison, and I. B. Salusky, “Technical approach to iliac crest biopsy,” *Clin. J. Am. Soc. Nephrol.*, vol. 3 Suppl 3, no. 16, pp. 164–169, 2008.
- [19] S. Qiu, D. P. Fyhrrie, S. Palnitkar, and D. S. Rao, “Histomorphometric assessment of Haversian canal and osteocyte lacunae in different-sized osteons in human rib,” *Anat. Rec.*, vol. 272A, no. 2, pp. 520–525, Jun. 2003.
- [20] C. M. Schnitzler and J. M. Mesquita, “Cortical porosity in children is determined by age-dependent osteonal morphology,” *Bone*, vol. 55, no. 2, pp. 476–486, Aug. 2013.
- [21] F. Rauch, R. Travers, and F. H. Glorieux, “Intracortical remodeling during human bone development-A histomorphometric study,” *Bone*, vol. 40, no. 2, pp. 274–280, 2007.
- [22] C. M. Schnitzler, J. M. Mesquita, and J. M. Pettifor, “Cortical bone development in black and white South African children: Iliac crest histomorphometry,” *Bone*, vol. 44, no. 4, pp. 603–611, Apr. 2009.
- [23] C. M. Schnitzler, “Childhood Cortical Porosity Is Related to Microstructural Properties of the Bone-Muscle Junction,” *J. Bone Miner. Res.*, vol. 30, no. 1, pp. 144–155, Jan. 2015.
- [24] L. Imbert, J.-C. Aurégan, K. Pernelle, and T. Hoc, “Mechanical and mineral properties of osteogenesis imperfecta human bones at the tissue level,” *Bone*, vol. 65, pp. 18–24, Aug. 2014.
- [25] H. J. Kalkwarf *et al.*, “The Bone Mineral Density in Childhood Study: Bone Mineral Content and Density According to Age, Sex, and Race,” *J. Clin. Endocrinol. Metab.*, vol. 92, no. 6, pp. 2087–2099, Jun. 2007.
- [26] L. D. Mkukuma, J. M. S. Skakle, I. R. Gibson, C. T. Imrie, R. M. Aspden, and D. W. L. Hukins, “Effect of the proportion of organic material in bone on thermal decomposition of bone mineral: An investigation of a variety of bones from

- different species using thermogravimetric analysis coupled to mass spectrometry, high-temperature X-ray diffraction," *Calcif. Tissue Int.*, vol. 75, no. 4, pp. 321–328, 2004.
- [27] E. Lefèvre *et al.*, "Analyzing the anisotropic Hooke's law for children's cortical bone," *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, vol. 49, pp. 370–377, Sep. 2015.
- [28] D. R. Eyre, I. R. Dickson, and K. Van Ness, "Collagen cross-linking in human bone and articular cartilage. Age-related changes in the content of mature hydroxyproline residues," *Biochem. J.*, vol. 252, no. 2, pp. 495–500, Jun. 1988.
- [29] J. Berdah, "Intérêt d'une bonne hygiène de vie à la ménopause: rôle du gynécologue," *Gynecol. Obstet. Fertil.*, vol. 35, no. 9, pp. 785–790, 2007.
- [30] J. A. Kanis, L. J. Melton, C. Christiansen, C. C. Johnston, and N. Khaltaev, "The diagnosis of osteoporosis," *J. Bone Miner. Res.*, vol. 9, no. 8, pp. 1137–1141, Dec. 2009.
- [31] M. Lorentzon and S. R. Cummings, "Osteoporosis: the evolution of a diagnosis," *J. Intern. Med.*, vol. 277, no. 6, pp. 650–661, Jun. 2015.
- [32] C. F. Njeh, C. M. Boivin, and C. M. Langton, "The role of ultrasound in the assessment of osteoporosis: A review," *Osteoporos. Int.*, vol. 7, no. 1, pp. 7–22, Jan. 1997.
- [33] P. Pisani, "Screening and early diagnosis of osteoporosis through X-ray and ultrasound based techniques," *World J. Radiol.*, vol. 5, no. 11, p. 398, 2013.
- [34] W. D. Haglund and M. H. Sorg, *Forensic taphonomy: the postmortem fate of human remains*, Boca Raton. 1997.
- [35] J. Pinheiro, "Decay process of a cadaver," *Forensic Anthropol. Med. Complement. Sci. From Recover. to Cause Death*, pp. 85–116, 2006.
- [36] K. Hasegawa, C. H. Turner, and D. B. Burr, "Contribution of collagen and mineral to the elastic anisotropy of bone," *Calcif. Tissue Int.*, vol. 55, no. 5, pp. 381–386, 1994.
- [37] V. Urzel, "Apport de la Résonance Magnétique Nucléaire des solides à la caractérisation chimique et à la datation des os en anthropologie médico-légale," 2014.
- [38] Y. Fernández-Jalvo *et al.*, "Early bone diagenesis in temperate environments. Part I: Surface features and histology," *Palaeogeogr. Palaeoclimatol. Palaeoecol.*, vol. 288, no. 1–4, pp. 62–81, 2010.
- [39] A. Galloway, W. H. Birkby, A. M. Jones, T. E. Henry, and B. O. Parks, "Decay rates of human remains in an arid environment," *J. Forensic Sci.*, vol. 34, no. 3, pp. 607–16,

May 1989.

- [40] W. C. Rodriguez and W. M. Bass, "Decomposition of Buried Bodies and Methods That May Aid in Their Location," *J. Forensic Sci.*, vol. 30, no. 3, p. 11017J, Jul. 1985.
- [41] R. E. M. Hedges and A. R. Millard, "Bones and Groundwater: Towards the Modelling of Diagenetic Processes," *J. Archaeol. Sci.*, vol. 22, no. 2, pp. 155–164, 1995.
- [42] R. E. M. Hedges, "Bone diagenesis: an overview of processes," *Archaeometry*, vol. 44, no. 3, pp. 319–328, Aug. 2002.
- [43] A. N. Garland, "Microscopical analysis of fossil bone," *Appl. Geochemistry*, vol. 4, pp. 215–229, 1989.
- [44] C. J. Hackett, "Microscopical Focal Destruction (Tunnels) in Exhumed Human Bones," *Med. Sci. Law*, vol. 21, no. 4, pp. 243–265, Oct. 1981.
- [45] M. J. Collins *et al.*, "The survival of organic matter in bone: A review," *Archaeometry*, vol. 44, no. 3, pp. 383–394, 2002.
- [46] J. J. Lim, "Thermogravimetric analysis of human femur bone," *J. Biol. Phys.*, vol. 3, no. 3, pp. 111–129, 1975.
- [47] M. Deleu, J. M. Crowet, M. N. Nasir, and L. Lins, "Complementary biophysical tools to investigate lipid specificity in the interaction between bioactive molecules and the plasma membrane: A review," *Biochim. Biophys. Acta - Biomembr.*, vol. 1838, no. 12, pp. 3171–3190, 2014.
- [48] C. M. Nielsen-Marsh and R. E. M. Hedges, "Patterns of diagenesis in bone I: The effects of site environments," *J. Archaeol. Sci.*, vol. 27, no. 12, pp. 1139–1150, 2000.
- [49] A. Bartsiakos and A. P. Middleton, "Characterization and dating of recent and fossil bone by X-ray diffraction," *J. Archaeol. Sci.*, vol. 19, no. 1, pp. 63–72, 1992.
- [50] G. Piga, G. Solinas, T. J. U. Thompson, A. Brunetti, A. Malgosa, and S. Enzo, "Is X-ray diffraction able to distinguish between animal and human bones?," *J. Archaeol. Sci.*, vol. 40, no. 1, pp. 778–785, Jan. 2013.
- [51] S. Weiner and O. Bar-Yosef, "States of preservation of bones from prehistoric sites in the Near East: A survey," *J. Archaeol. Sci.*, vol. 17, no. 2, pp. 187–196, 1990.
- [52] M. D. Morris and G. S. Mandair, "Raman Assessment of Bone Quality," *Clin. Orthop. Relat. Res.*, vol. 469, no. 8, pp. 2160–2169, Aug. 2011.
- [53] J. A. Tripp, M. E. Squire, R. E. M. Hedges, and R. E. Stevens, "Use of micro-computed tomography imaging and porosity measurements as indicators of collagen preservation in archaeological bone," *Palaeogeogr. Palaeoclimatol. Palaeoecol.*, vol.

- 511, pp. 462–471, Dec. 2018.
- [54] A. Awonusi, M. D. Morris, and M. M. J. Tecklenburg, “Carbonate assignment and calibration in the Raman spectrum of apatite,” *Calcif. Tissue Int.*, vol. 81, no. 1, pp. 46–52, 2007.
- [55] L. E. Wright and H. P. Schwarcz, “Infrared and isotopic evidence for diagenesis of bone apatite at Dos Pilas, Guatemala: Palaeodietary implications,” *J. Archaeol. Sci.*, vol. 23, no. 6, pp. 933–944, 1996.
- [56] G. T. Cook, E. Dunbar, S. M. Black, and S. Xu, “A preliminary assessment of age at death determination using the nuclear weapons testing ^{14}C activity of dentine and enamel,” *Radiocarbon*, vol. 48, no. 3, pp. 305–313, 2006.
- [57] B. Swift, “Dating human skeletal remains;,” *Forensic Sci. Int.*, vol. 98, no. 1–2, pp. 119–126, Nov. 1998.
- [58] C. Wyss and D. Cherix, *Traité d’entomologie forensique: les insectes sur la scène de crime*, vol. 2. Polytechniques, PPUR Presses, 2013.
- [59] E. Le Garff, “Taphonomie osseuse humaine au micro-scanner,” Université du Droit et de la Santé - Lille II, 2018.
- [60] Steffen Berg, “Determination of bone age,” *Interscience*, 1962.
- [61] S. Santoni, E. Bonifacio, and E. Zanini, “Indophenol blue colorimetric method for measuring cation exchange capacity in sandy soils,” *Commun. Soil Sci. Plant Anal.*, vol. 32, no. 15–16, pp. 2519–2530, Sep. 2001.
- [62] V. Urzel, “Apport de la résonance magnétique nucléaire des solides à la caractérisation chimique et à la datation des os en anthropologie médico-légale,” 2014.
- [63] V. Sterzik, T. Jung, K. Jellinghaus, and M. Bohnert, “Estimating the postmortem interval of human skeletal remains by analyzing their optical behavior,” *Int. J. Legal Med.*, vol. 130, no. 6, pp. 1557–1566, Nov. 2016.
- [64] N. Hoke, A. Grigat, G. Grupe, and M. Harbeck, “Reconsideration of bone postmortem interval estimation by UV-induced autofluorescence,” *Forensic Sci. Int.*, vol. 228, no. 1–3, pp. 176.e1-176.e6, 2013.
- [65] F. Ramsthaler, S. C. Ebach, C. G. Birngruber, and M. A. Verhoff, “Postmortem interval of skeletal remains through the detection of intraosseal hemin traces. A comparison of UV-fluorescence, luminol, Hexagon-OBTI®, and Combur® tests,” *Forensic Sci. Int.*, vol. 209, no. 1–3, pp. 59–63, 2011.

- [66] F. Introna, G. Di Vella, and C. P. Campobasso, "Determination of postmortem interval from old skeletal remains by image analysis of luminol test results," *J. Forensic Sci.*, vol. 44, no. 3, pp. 535–8, 1999.
- [67] G. Caudullo *et al.*, "Luminol testing in detecting modern human skeletal remains: a test on different types of bone tissue and a caveat for PMI interpretation," *Int. J. Legal Med.*, vol. 131, no. 1, pp. 287–292, Jan. 2017.
- [68] A. Cappella *et al.*, "The comparative performance of PMI estimation in skeletal remains by three methods (C-14, luminol test and OHI): analysis of 20 cases," *Int. J. Legal Med.*, vol. 132, no. 4, pp. 1215–1224, Jul. 2018.
- [69] D. H. Ubelaker, B. A. Buchholz, and J. E. B. Stewart, "Analysis of artificial radiocarbon in different skeletal and dental tissue types to evaluate date of death," *J. Forensic Sci.*, vol. 51, no. 3, pp. 484–488, 2006.
- [70] A. Amadasi *et al.*, "Determination of the post mortem interval in skeletal remains by the comparative use of different physico-chemical methods: Are they reliable as an alternative to ^{14}C ?" *HOMO- J. Comp. Hum. Biol.*, vol. 68, no. 3, pp. 213–221, 2017.
- [71] I. Levin *et al.*, "Observations and modelling of the global distribution and long-term trend of atmospheric $^{14}\text{CO}_2$," *Tellus B Chem. Phys. Meteorol.*, vol. 62, no. 1, pp. 26–46, Jan. 2010.
- [72] A. Sillen, "Strontium and diet at Hayonim Cave," *Am. J. Phys. Anthropol.*, vol. 56, no. 2, pp. 131–137, Oct. 1981.
- [73] S. M. Maclaughlin-Black, R. J. M. Herd, K. Willson, M. Myers, and I. E. West, "Strontium-90 as an indicator of time since death: A pilot investigation," *Forensic Sci. Int.*, vol. 57, no. 1, pp. 51–56, 1992.
- [74] M. A. Castellano, E. C. Villanueva, and R. von Frenckel, "Estimating the Date of Bone Remains: A Multivariate Study," *J. Forensic Sci.*, vol. 29, no. 2, p. 11700J, Apr. 1984.
- [75] C. Cattaneo, M. J. Collins, E. R. Waite, H. W. Schütz, H. J. Kaatsch, and H. I. Borrman, "Age estimation: the state of the art in relation to the specific demands of forensic practise.," *Int. J. Legal Med.*, vol. 113, no. 3, pp. 129–136, 2000.
- [76] H. P. Schwarcz, K. Agur, and L. M. Jantz, "A new method for determination of postmortem interval: Citrate content of bone," *J. Forensic Sci.*, vol. 55, no. 6, pp. 1516–1522, 2010.
- [77] Z. Patonai *et al.*, "Novel dating method to distinguish between forensic and archeological human skeletal remains by bone mineralization indexes," *Int. J. Legal*

- Med.*, vol. 127, no. 2, pp. 529–533, 2013.
- [78] S. Longato *et al.*, “Post-mortem interval estimation of human skeletal remains by micro-computed tomography, mid-infrared microscopic imaging and energy dispersive X-ray mapping,” *Anal. Methods*, vol. 7, no. 7, pp. 2917–2927, 2015.
- [79] C. Woess *et al.*, “Assessing various Infrared (IR) microscopic imaging techniques for post-mortem interval evaluation of human skeletal remains,” *PLoS One*, vol. 12, no. 3, p. e0174552, Mar. 2017.
- [80] A. Bertoluzza, P. Brasili, L. Castri, F. Facchini, C. Fagnano, and A. Tinti, “Preliminary Results in Dating Human Skeletal Remains by Raman Spectroscopy,” *J. Raman Spectrosc.*, vol. 28, no. 2–3, pp. 185–188, Feb. 1997.
- [81] G. McLaughlin and I. K. Lednev, “Potential application of Raman spectroscopy for determining burial duration of skeletal remains,” *Anal. Bioanal. Chem.*, vol. 401, no. 8, pp. 2511–2518, Nov. 2011.
- [82] A. Baide, C. Farber, M. Krimmer, D. Wescott, and D. Kurouski, “Non-invasive post-mortem interval diagnostics using a hand-held Raman spectrometer,” *Forensic Chem.*, vol. 20, no. August, p. 100270, 2020.
- [83] Y. Delannoy, “Caractérisation de la diagénèse osseuse en anthropologie médico-légale : étude macroscopique, spectrométrique et histomorphologique,” 2016.
- [84] S. Bensamoun, M.-C. Ho Ba Tho, S. Luu, J.-M. Gherbezza, and J.-F. de Belleval, “Spatial distribution of acoustic and elastic properties of human femoral cortical bone,” *J. Biomech.*, vol. 37, no. 4, pp. 503–510, Apr. 2004.
- [85] A. H. Burstein, D. T. Reilly, and M. Martens, “Aging of bone tissue: mechanical properties,” *J. Bone Joint Surg. Am.*, vol. 58, no. 1, pp. 82–6, Jan. 1976.
- [86] K. Choi and S. A. Goldstein, “A comparison of the fatigue behavior of human trabecular and cortical bone tissue,” *J. Biomech.*, vol. 25, no. 12, pp. 1371–1381, Dec. 1992.
- [87] B. B. Seedhom, E. Berry, A. E. Ostell, and M. Cuppone, “The Longitudinal Young’s Modulus of Cortical Bone in the Midshaft of Human Femur and its Correlation with CT Scanning Data,” *Calcif. Tissue Int.*, vol. 74, no. 3, pp. 302–309, Mar. 2004.
- [88] A. Devulder, “Approche micromécanique du remodelage osseux,” 2010.
- [89] P. Laugier, *Bone Quantitative Ultrasound*. Paris: Springer Science & Business Media, 2011.
- [90] M. Muller, “Evaluation ultrasonore de l’os cortical par des méthodes d’acoustique

- linéaire et non linéaire. Application à l'évaluation du micro-endommagement osseux," Université Paris 7, 2006.
- [91] N. Bochud, Q. Vallet, J. G. Minonzio, and P. Laugier, "Predicting bone strength with ultrasonic guided waves," *Sci. Rep.*, vol. 7, no. September 2016, pp. 1–14, 2017.
- [92] N. Bochud, Q. Vallet, Y. Bala, H. Follet, J. G. Minonzio, and P. Laugier, "Genetic algorithms-based inversion of multimode guided waves for cortical bone characterization," *Phys. Med. Biol.*, vol. 61, no. 19, pp. 6953–6974, 2016.
- [93] K. Xu, J. G. Minonzio, D. Ta, B. Hu, W. Wang, and P. Laugier, "Sparse SVD Method for High-Resolution Extraction of the Dispersion Curves of Ultrasonic Guided Waves," *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control*, vol. 63, no. 10, pp. 1514–1524, 2016.
- [94] J. G. Minonzio *et al.*, "Bone cortical thickness and porosity assessment using ultrasound guided waves: An ex vivo validation study," *Bone*, vol. 116, no. June, pp. 111–119, 2018.
- [95] E. Bossy, M. Talmant, F. Peyrin, L. Akrouf, P. Cloetens, and P. Laugier, "An in vitro study of the ultrasonic axial transmission technique at the radius: 1-MHz velocity measurements are sensitive to both mineralization and intracortical porosity," *J. Bone Miner. Res.*, vol. 19, no. 9, pp. 1548–1556, 2004.
- [96] T. Lee, R. S. Lakes, and A. Lal, "Investigation of bovine bone by resonant ultrasound spectroscopy and transmission ultrasound," *Biomech. Model. Mechanobiol.*, vol. 1, no. 2, pp. 165–175, 2002.
- [97] R. B. Ashman, S. C. Cowin, W. C. Van Buskirk, and J. C. Rice, "A continuous wave technique for the measurement of the elastic properties of cortical bone," *J. Biomech.*, vol. 17, no. 5, pp. 349–361, 1984.
- [98] P. Lasaygues and M. Pithioux, "Ultrasonic characterization of orthotropic elastic bovine bones," *Ultrasonics*, vol. 39, no. 8, pp. 567–573, 2002.
- [99] B. K. Hoffmeister, S. R. Smith, S. M. Handley, and J. Y. Rho, "Anisotropy of Young's modulus of human tibial cortical bone," *Med. Biol. Eng. Comput.*, vol. 38, no. 3, pp. 333–338, 2000.
- [100] P. Lasaygues and M. Pithioux, "Ultrasonic characterization of orthotropic elastic bovine bones," *Ultrasonics*, vol. 39, no. 8, pp. 567–573, 2002.
- [101] X. Neil Dong and X. Edward Guo, "The dependence of transversely isotropic elasticity of human femoral cortical bone on porosity," *J. Biomech.*, vol. 37, no. 8, pp. 1281–1287, Aug. 2004.

- [102] M. Pithioux, P. Lasaygues, and P. Chabrand, "An alternative ultrasonic method for measuring the elastic properties of cortical bone," *J. Biomech.*, vol. 35, no. 7, pp. 961–968, 2002.
- [103] G. Haiat, S. Naili, Q. Grimal, M. Talmant, C. Desceliers, and C. Soize, "Influence of a gradient of material properties on ultrasonic wave propagation in cortical bone: Application to axial transmission," *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 125, no. 6, pp. 4043–4052, Jun. 2009.
- [104] E. Lefèvre *et al.*, "Analyzing the anisotropic Hooke's law for children's cortical bone," *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, vol. 49, pp. 370–377, 2015.
- [105] L. Bai, K. Xu, D. Li, D. Ta, L. H. Le, and W. Wang, "Fatigue evaluation of long cortical bone using ultrasonic guided waves," *J. Biomech.*, vol. 77, pp. 83–90, 2018.
- [106] J. Minonzio *et al.*, "A free plate model can predict guided modes propagating in tubular bone-mimicking phantoms," *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 137, no. 1, pp. EL98–EL104, 2015.
- [107] K. Kassou, Y. Remram, P. Laugier, and J. G. Minonzio, "Dispersion characteristics of the flexural wave assessed using low frequency (50–150 kHz) point-contact transducers: A feasibility study on bone-mimicking phantoms," *Ultrasonics*, vol. 81, pp. 1–9, 2017.
- [108] J. Chen *et al.*, "Corrigendum: Measurement of guided mode wavenumbers in soft tissue–bone mimicking phantoms using ultrasonic axial transmission," *Phys. Med. Biol.*, vol. 58, no. 23, pp. 8593–8593, Dec. 2013.
- [109] D. Clorennec, C. Prada, and D. Royer, "Local and noncontact measurements of bulk acoustic wave velocities in thin isotropic plates and shells using zero group velocity Lamb modes," *J. Appl. Phys.*, vol. 101, no. 3, p. 034908, Feb. 2007.

Chapitre II Caractérisation ultrasonore

osseuse en transmission

Sommaire

INTRODUCTION.....	43
II.1. MODELES THEORIQUES DE PROPAGATION D'ONDES ULTRASONORES DANS L'OS CORTICAL.....	44
<i>II.1.1 Les différents modèles d'anisotropie</i>	<i>44</i>
<i>II.1.2 Propagation d'une onde élastique dans un solide</i>	<i>46</i>
II.2. MATERIELS ET METHODES	49
<i>II.2.1 Préparation des échantillons</i>	<i>50</i>
<i>II.2.2 Contrôle de la porosité.....</i>	<i>52</i>
II.2.2.1 La tomographie par rayons X.....	52
II.2.2.2 Traitement des données tomographiques.....	53
<i>II.2.3 Contrôle de la masse volumique</i>	<i>54</i>
<i>II.2.4 Détermination des constantes de rigidité : mesures ultrasonores</i>	<i>56</i>
II.2.4.1 Mesures en immersion des vitesses longitudinales	56
II.2.4.2 Mesures en contact des vitesses transversales	57
II.2.4.3 Traitement des données ultrasonores	58
II.2.4.4 Hypothèses de l'étude.....	61
II.3. RESULTATS.....	63
<i>II.3.1 Contrôle de la porosité.....</i>	<i>63</i>
<i>II.3.2 Contrôle de la masse volumique</i>	<i>65</i>
<i>II.3.3 Évolution de l'anisotropie de l'os.....</i>	<i>66</i>
II.3.3.1 Évolution des coefficients diagonaux de la matrice de rigidité avec le DPM.....	66
II.3.3.2 Évolution des rapports d'anisotropie.....	69
II.4. ANALYSES DES RESULTATS ET DISCUSSION	71
<i>II.4.1 Définition d'un état initial de l'os post mortem</i>	<i>71</i>
<i>II.4.2 Influence de la porosité sur la mesure ultrasonore.....</i>	<i>72</i>
<i>II.4.3 Influence de la masse volumique sur les mesures ultrasonores.....</i>	<i>74</i>
<i>II.4.4 Hypothèse d'homogénéité locale de l'os.....</i>	<i>76</i>
II.5. SYNTHÈSE	79
REFERENCES.....	81

Introduction

Comme présenté dans le chapitre I, l'os est un matériau particulièrement complexe à étudier du fait de sa structure interne, sa géométrie et les différences entre individus. L'étude de son comportement mécanique nécessite l'usage d'hypothèses pour diminuer le nombre de paramètres afin d'approcher l'os par des modèles simples. De nombreux travaux ont proposé de contourner les problèmes liés à la géométrie de l'os en l'étudiant sur de petites distances [1][2][3][4][5][6][7][8] : ces études tentent alors d'approcher le comportement mécanique de l'os en considérant le milieu comme infini. Le comportement mécanique de l'os est ainsi associé à un modèle d'anisotropie dont les paramètres sont les coefficients de rigidité.

Ce chapitre propose d'étudier les coefficients de rigidité de l'os et d'observer leurs évolutions dans le temps *post mortem*. Ces coefficients permettront d'approcher le comportement de l'os par un modèle d'anisotropie et de juger le maintien de ce modèle dans le temps *post mortem*. Indépendamment du modèle, l'évolution des coefficients mesurés permettra de savoir si la dégradation de la matrice osseuse liée à la diagenèse permet une distinction entre différents groupes d'individus de délais *post mortem* (DPM) similaires. Si une méthode de datation doit voir le jour, il est primordial que cette évolution *post mortem* se distingue des variations possibles entre individus de même DPM.

Certaines limites à ces études locales de l'os sont déjà connues : l'hétérogénéité de l'os est présente à différentes échelles. Celle-ci limite, d'une part, la caractérisation globale de l'os par des mesures locales (les propriétés mesurées peuvent varier selon le site anatomique étudié) et, d'autre part, l'approche de l'os par un modèle d'anisotropie suggérant une homogénéité locale (les propriétés mesurées peuvent être biaisées par la présence de pores, de fissures). Afin de contrôler ces hétérogénéités, des mesures tomographiques ont été réalisées afin de juger la porosité des échantillons osseux et assurer une comparabilité entre individus. Les mesures ont été réalisées sur trois échantillons provenant d'un même site anatomique pour chaque individu afin de questionner l'homogénéité locale.

Ce chapitre propose dans un premier temps la présentation théorique des différents modèles d'anisotropie ainsi que l'approche de ses coefficients caractéristiques par des mesures de vitesses ultrasonores. Le conditionnement des échantillons osseux fournis par l'IRCGN sera ensuite présenté avant de s'intéresser aux différentes méthodes de caractérisation utilisées, qu'elles permettent de vérifier la comparabilité des individus entre eux (évaluation de la

porosité par tomographie ou mesure de la masse volumique) ou qu'elles permettent la mesure des différentes vitesses ultrasonores dans l'os (banc en immersion ou en contact). Les résultats de chaque méthode seront ensuite indépendamment présentés avant de discuter de leurs associations pour conclure sur la faisabilité d'une méthode de datation par l'étude des signatures ultrasonores et sur les limites et perspectives que ce chapitre permet d'envisager.

II.1. Modèles théoriques de propagation d'ondes ultrasonores dans l'os cortical

II.1.1 Les différents modèles d'anisotropie

La notion d'anisotropie décrit un matériau dont le comportement mécanique varie selon l'axe d'investigation choisi et la nature de la contrainte exercée. Ces notions théoriques étant largement présentées dans la littérature [9][10], seul un bref rappel est proposé dans ce chapitre permettant d'introduire les éléments nécessaires à la compréhension de l'anisotropie.

Le suivi mécanique d'un matériau a pour objectif de prédire son évolution lorsqu'il est soumis à une contrainte. La loi de Hooke lie les contraintes T_{ij} appliquées à un matériau solide aux déformations S_{kl} grâce au tenseur des rigidités élastiques C_{ijkl} par la formule suivante :

$$T_{ij} = C_{ijkl}S_{kl} \quad (II-1)$$

Les indices $ijkl$ sont des entiers de 1 à 3 équivalant aux trois axes (x, y, z) du système géométrique. Ainsi, le nombre maximal de constantes de rigidité qui interviennent dans la loi de Hooke est à priori de $3^4 = 81$.

Le déplacement de matière à la suite d'une stimulation ultrasonore reste dans la limite d'élasticité : le matériau peut reprendre sa forme initiale après le cycle de chargement. Cette remarque permet de définir le système comme étant en équilibre statique, assurant la condition d'équilibre des mouvements. Cette condition force la symétrie des tenseurs T et S , permettant d'utiliser la notation d'Einstein et ainsi de simplifier l'écriture de la loi de Hooke :

$$\begin{array}{cccccc} 11 & 12 & 13 & 1 & 6 & 5 \\ 21 & 22 & 23 & \equiv & 6 & 2 & 4 \\ 31 & 32 & 33 & 5 & 4 & 3 \end{array} \quad (II-2)$$

Cette transformation implique que la loi de Hooke puisse alors s'écrire :

$$T_i = C_{ij}S_j \quad (II-3)$$

Les indices i et j étant compris entre 1 et 6, le tenseur C_{ij} se représente sous la forme d'un tableau de 6 colonnes et 6 lignes et est composé de 36 coefficients. Ce nombre de coefficients peut être réduit à 21 grâce au caractère symétrique du tenseur correspondant au système triclinique. D'autre part, l'organisation des éléments anatomiques explique le comportement anisotrope de l'os cortical. Ainsi, le degré d'anisotropie de l'os cortical permet de l'approcher par un matériau à symétrie orthotrope [2][3][4][5]. La majorité des études sur l'os pose le repère géométrique (Figure II-1) pour avoir l'axe de symétrie selon z.

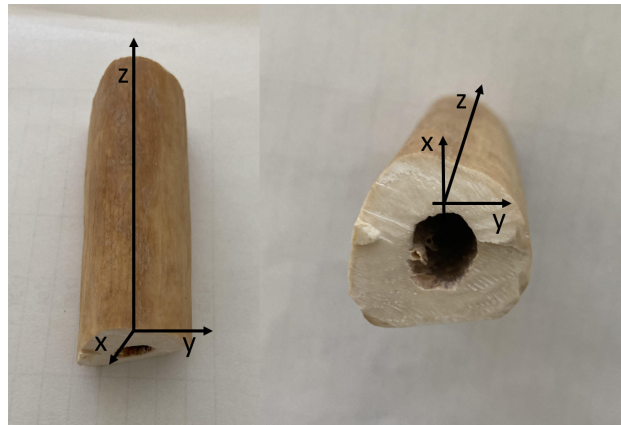


Figure II-1 : Définition du repère utilisé sur l'os sur un échantillon osseux

En tenant compte de la symétrie orthotrope, le tenseur peut alors être réduit à 9 coefficients :

$$C_{ij}^{Orthotrope} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{22} & C_{23} & 0 & 0 & 0 \\ C_{13} & C_{23} & C_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{55} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{66} \end{bmatrix} \quad (II-4)$$

Des modélisations en tant que matériau solide élastique isotrope transverse [6][7][8] et isotrope ont également été considérées [11] permettant de réduire à 6 ou 3 coefficients.

$$C_{ij}^{Isotrope\ transverse} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{13} & 0 & 0 & 0 \\ C_{13} & C_{13} & C_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{66} \end{bmatrix} \quad (II-5)$$

$$C_{ij}^{Isotrope} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} \end{bmatrix} \quad (II-6)$$

L'étude de ces matrices peut se faire par le suivi de certains paramètres. Notamment, le choix du modèle peut être défini grâce aux rapports de coefficients [12][13][14]. Dans le cas du modèle isotrope transverse, les rapports C_{11}/C_{22} et C_{44}/C_{55} attendus sont proches de 1. Dans le cas du modèle isotrope simple tous les rapports des trois premiers coefficients doivent être égaux à 1 tout comme les rapports des trois derniers coefficients.

Indépendamment du modèle choisi, la trace de la matrice (noté $\text{Tr}(C_{ij})$) – égale à la somme des coefficients diagonaux – est un paramètre intéressant à suivre : il permet d'évaluer la variation relative de volume du matériau étudié (en considérant l'hypothèse de petites déformations) [9].

II.1.2 Propagation d'une onde élastique dans un solide

Dans un solide, il est bien connu depuis les travaux de Poisson et de Cauchy que le mouvement particulière au passage d'une onde peut se faire de deux manières différentes (Figure II-2) : soit dans la direction de l'onde (onde de compression notée u_L indépendamment de l'axe de propagation), soit normal à cette direction (onde transversale notée u_T) [15][9].

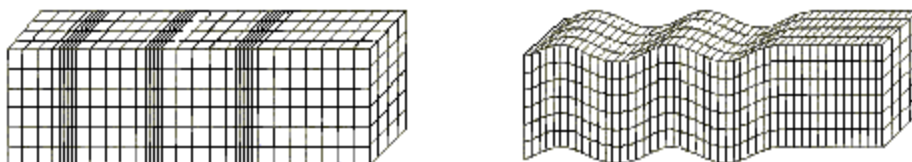


Figure II-2 : Mouvement de compression à gauche et de cisaillement à droite (Image de Nicolas Lecours)

L'onde de compression est théoriquement associée une évolution du volume sans rotation du solide alors que l'onde transversale représente une rotation sans évolution du volume :

$$\begin{cases} \overline{u}_L = \overline{grad}\Phi \\ \overline{rot}\overline{u}_L = \vec{0} \end{cases} \quad (\text{II-7})$$

$$\begin{cases} \text{div}\overline{u}_T = 0 \\ \overline{u}_T = \overline{rot}\overline{\Psi} \end{cases} \quad (\text{II-8})$$

où Φ est le potentiel scalaire et $\overline{\Psi}$ est le potentiel vecteur du déplacement.

Ces deux types d'ondes se propagent dans le solide en respectant l'équation de propagation en dehors des sources :

$$\begin{cases} \overline{u} = \overline{rot}\overline{\Psi} + \overline{grad}\Phi \\ \Delta u_j - \frac{1}{v_{ij}} \partial_t^2 u_i = 0 \end{cases} \quad (\text{II-9})$$

Dans un matériau anisotrope, la vitesse de propagation d'une onde dans le solide dépend de l'axe d'observation. La vitesse V_{ij} dépend de l'axe de propagation (indice i) et de la direction de polarisation (indice j) et peut être représentée sous forme matricielle (en notation simple ou d'Einstein) :

$$V_{ij} = \begin{pmatrix} V_{11} & V_{12} & V_{13} \\ V_{21} & V_{22} & V_{23} \\ V_{31} & V_{32} & V_{33} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} V_1 & V_6 & V_5 \\ V_6 & V_2 & V_4 \\ V_5 & V_4 & V_3 \end{pmatrix} \quad (\text{II-10})$$

Notons que la notation d'Einstein force la symétrie de la matrice ($V_{ij} = V_{ji}$) : la formulation simple permet de distinguer la manière dont la mesure a été faite (sens et polarisation du mouvement). Dans la suite ce manuscrit, la notation d'Einstein sera utilisée dans les équations afin de simplifier l'écriture et d'associer vitesses et coefficients de rigidité plus aisément, cependant la notation simple sera utilisée dans les résultats pour simplifier la compréhension du lecteur.

Ce lien entre coefficient de rigidité et vitesse se fait grâce l'application du principe fondamental de la dynamique en négligeant les forces d'inertie et de pesanteur devant les forces liées à la propagation de l'onde :

$$\rho \partial_t^2 u_i = \partial_j T_{ij} \quad (\text{II-11})$$

Cette équation, associée à la loi de Hooke (II.1), permet alors d'associer déplacement et coefficient de rigidité :

$$\partial_j \partial_k u_j - \frac{\rho}{c_{ijkl}} \partial_t^2 u_i = 0 \quad (\text{II-12})$$

La solution recherchée de type “onde plane” progressive conduit à l’équation de Christoffel pour laquelle les vitesses de phase sont solutions d’un problème aux valeurs propres [9]. Les coefficients diagonaux de la matrice de rigidité peuvent alors être associés aux vitesses de propagation avec la notation d’Einstein :

$$C_{ii} = \rho V_i^2 \quad (\text{II-13})$$

avec ρ la masse volumique et V_i les vitesses de propagation selon la notation d’Einstein. Les coefficients extra-diagonaux sont plus complexes à calculer en fonction des vitesses de propagation si l’on considère un modèle d’anisotropie orthotrope [2][3][4][5]. En effet, ils nécessitent la connaissance des vitesses d’ondes transversales se propageant suivant des directions diagonales aux axes principaux [16] : ces vitesses sont écrites $V_{i/i}$ pour des indices de 4 à 6.

$$C_{12} = \sqrt{(C_{11} + C_{66} - 2\rho V_{6/6}^2)(C_{22} + C_{66} - 2\rho V_{6/6}^2)} - C_{66} \quad (\text{II-14})$$

$$C_{13} = \sqrt{(C_{11} + C_{55} - 2\rho V_{5/5}^2)(C_{33} + C_{55} - 2\rho V_{5/5}^2)} - C_{55} \quad (\text{II-15})$$

$$C_{23} = \sqrt{(C_{22} + C_{44} - 2\rho V_{4/4}^2)(C_{33} + C_{44} - 2\rho V_{4/4}^2)} - C_{44} \quad (\text{II-16})$$

Bien que complexes, certains bancs d’essai permettent la mesure de ces paramètres ; en particulier dans le cas de l’os, la spectroscopie par résonance ultrasonore ou *Resonance Ultrasound Spectroscopy* (RUS) [17][18][19]. Leurs calculs peuvent être simplifiés si les hypothèses d’isotropie simple ou d’isotropie transverse sont retenues. Le modèle d’isotropie transverse suggère des vitesses de propagation similaires suivant un plan : si le plan d’isotropie est (0xy), la vitesse $V_{6/6}$ peut être confondue avec la vitesse V_6 permettant une simplification du coefficient C_{12} :

$$C_{12} = C_{11} - 2C_{66} \quad (\text{II-17})$$

La même remarque peut être faite pour le modèle d’isotropie simple suggérant des vitesses de propagation similaires dans tous les plans : l’égalité ci-dessus est respectée et s’applique alors à tous les coefficients extra diagonaux. Si le modèle d’isotropie choisi permet de les approcher simplement, ces coefficients extra diagonaux sont des paramètres permettant un lien entre les trois premiers coefficients diagonaux et les trois derniers.

II.2. Matériels et méthodes

L'étude présentée dans ce chapitre cherche à caractériser le comportement mécanique de l'os humain et son évolution avec le DPM. Comme présenté dans la partie théorique, il est possible d'approcher ce comportement mécanique par les coefficients de la matrice de rigidité. Dans un premier temps, les coefficients diagonaux de cette matrice peuvent être estimés par les vitesses de propagation des ondes transversale et longitudinale dans les trois directions et de la masse volumique. La mesure de ces coefficients permet dans un second temps de choisir le modèle d'anisotropie le plus adapté.

Cependant avant d'associer l'évolution des coefficients de rigidité au DPM des différents échantillons osseux, il est nécessaire de contrôler la comparabilité des différents individus entre eux. Plusieurs paramètres osseux peuvent altérer la comparaison :

- **La localisation de la mesure ultrasonore** : L'os étant un matériau hétérogène, ses propriétés mécaniques peuvent dépendre du site anatomique où la mesure est effectuée. Pour interroger l'hypothèse d'une homogénéité locale de l'os, plusieurs échantillons ont été conditionnés par individu sur une zone restreinte.
- **La porosité** : L'os est un matériau poreux même si les modèles présentés dans la partie théorique n'en tiennent pas compte ; la porosité étant susceptible de varier localement. Ce paramètre étant susceptible d'influencer la mesure ultrasonore, il est alors important de « surveiller » la porosité des échantillons afin d'assurer la comparabilité des individus entre eux.
- **La masse volumique** : Les coefficients de la matrice de rigidité dépendent de la masse volumique, il est alors nécessaire de la mesurer précisément pour que les erreurs de mesure influencent le moins possible la comparaison entre individus. Il peut aussi être intéressant de voir si la minéralisation de l'os avec le DPM (traduisant une perte de masse organique) influence la mesure de la masse volumique.
- **Les différences intrinsèques entre individu** : Comme présenté dans le chapitre 1, de nombreux paramètres associés à l'individu et à sa vie peuvent impliquer des différences entre les échantillons osseux. Pour limiter l'influence de ces paramètres, l'étude propose une moyenne des résultats pour des individus ayant des DPM similaires. À partir des échantillons osseux livrés par l'IRCGN, quatre groupes d'intérêt peuvent être composés : un groupe témoin de DPM proche de 1 an

permettant la comparaison aux études ultrasonores réalisées dans le domaine médical, un groupe de DPM proche du délai de prescription (10 – 13 ans), deux groupes de DPM proche de 50 ans et archéologique pour étudier l'os une fois le processus de minéralisation bien avancé.

Au total, 11 échantillons osseux ont été confiés par l'IRCGN au cours de la thèse : pour des raisons évidentes de secret judiciaire, seule l'information de leurs DPM a été transmise bien que l'IRCGN a veillé à ce que les individus soient comparables entre eux compte tenu de leurs âges *pré mortem* et de leurs lieux de conservation *post mortem*. Afin de contrôler la comparabilité des individus entre eux, des estimations de la porosité et de la masse volumique ont été réalisées.

II.2.1 Préparation des échantillons

Les os humains livrés par l'IRCGN ont déjà été nettoyés et lavés avant leurs arrivées. Ce travail a porté sur des échantillons d'os cortical, issus de fémurs humains. Les informations permettant une identification des ossements tel que le sexe, l'âge *pré mortem* ou encore les circonstances de leur découverte sont inconnues.

Le jeu d'os humain étudié est composé de 11 individus de différents DPM : trois de 1 à 3 ans (Groupe 1), trois de 10 à 13 ans (Groupe 2), trois d'environ 50 ans (Groupe 3) et deux d'âges archéologiques (Groupe 4), comme indiqué dans le Tableau II-1. Les études tomographiques ont été réalisées sur les différents os confiés par l'IRCGN avant leurs découpes en cube. Chaque os d'individu a été découpé en trois parallélépipèdes (nommés par la suite *cube*) de dimension (3-6 x 5 x 5 mm) : les images tomographiques ont permis de vérifier la porosité des échantillons. Si les dimensions entre les individus varient, les découpes ont cherché à maximiser les dimensions des côtés notamment dans l'axe radial, dans l'épaisseur de la corticale : ces dimensions sont comprises entre 3 et 6 mm. Certains échantillons, dont l'épaisseur corticale est faible et/ou ayant une porosité élevée, ont posé problèmes lors des mesures (en rouge dans le Tableau II-1) : pour ces échantillons en particulier, d'autres cubes ont été découpés à des emplacements différents de l'os.

	IND 1	IND 2	IND 3
GROUPE 1 (G1)	1 an	3 ans	3 ans
GROUPE 2 (G2)	10 ans	11 ans	13 ans
GROUPE 3 (G3)	~50 ans	~50 ans	~50 ans
GROUPE 4 (G4)	500 ans	2500 ans	

Tableau II-1 : DPM des individus confiés par l'IRCGN répartis dans des groupes de classe d'âge (en rouge les échantillons à porosité élevée)

Les découpes (Figure II-3) ont été réalisées à l'aide d'une scie diamantée avec une rotation faible : cette scie particulièrement adaptée à la découpe d'échantillons fragiles permet de maintenir l'échantillon et de lui appliquer un poids lors de la découpe pour maîtriser la pression sur la scie. La lame rotative baigne dans un bain d'huile permettant de limiter les frictions avec l'échantillon lors de la découpe. Enfin, le bras tenant l'échantillon peut être décalé au-dessus de la lame sans avoir à toucher l'échantillon, permettant ainsi d'assurer le parallélisme des faces opposées du cube.

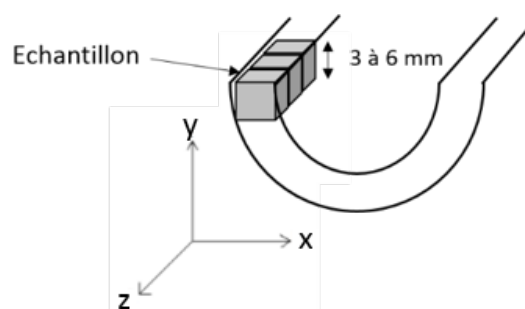


Figure II-3 : Conditionnement des échantillons pour un individu donné

Les trois cubes issus de chaque individu sont découpés l'un après l'autre suivant l'axe des fibres de l'os : les échantillons permettent de réaliser trois mesures (sur les trois cubes) sur une longueur de ~1,5 cm (3 x 0,5 cm) suivant l'axe des fibres. Ce protocole de découpe permet d'interroger l'homogénéité locale de l'os le long des fibres.

Avant d'effectuer les mesures ultrasonores en compression, les échantillons ont été dégazés (permettant aussi une mesure de la masse volumique par la méthode d'Archimède) alors que pour les mesures en cisaillement les échantillons ont été séchés pour faciliter la propagation des ondes.

II.2.2 Contrôle de la porosité

II.2.2.1 La tomographie par rayons X

La tomographie par rayons X, inventée par Godfrey N. Hounsfield en 1972 [20], est une technique d'imagerie non destructive permettant la cartographie interne du matériau étudié ; il fut récompensé d'ailleurs en 1979 avec Allan M. Cormack [21][22] d'un prix Nobel de physiologie ou médecine pour ses travaux sur le « développement de la tomographie axiale calculée ». Son utilisation ne se limite pas qu'à la médecine pour l'étude du corps humain [23][24][25] puisque cette technique est aussi mise en œuvre en archéologie pour l'examen d'objets anciens [26][27], de restes fossiles, de contenants fermés à risque.

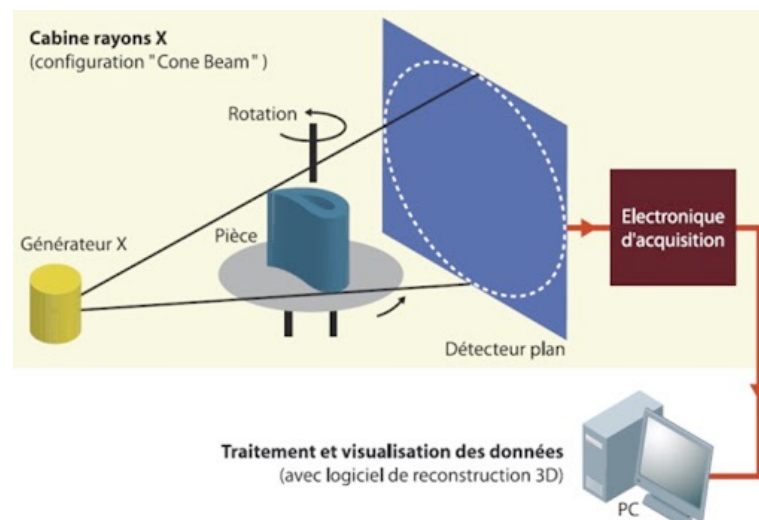


Figure II-4 : Principe de la tomographie par rayons X (schéma de Patrick Bouvet sur metalblog.ctif.com)

Le principe de la tomographie par rayons X [28] présenté dans la Figure II-4 est de mesurer l'atténuation subie par un faisceau de rayons X après avoir traversé l'échantillon. Cette atténuation mesurée et imagée en niveau de gris correspond à l'absorption des rayons et dépend de l'épaisseur, de la densité et de la composition chimique de l'échantillon. En tournant autour de l'échantillon, le détecteur enregistre une radiographie 2D pour chaque angle de rotation permettant une reconstruction 3D de l'échantillon. Il est alors possible de visualiser des tranches de l'échantillon, tout comme il serait fait au microscope en découpant de fines lamelles, et ce sans usiner d'échantillon. Une analyse tomographique tient donc en trois étapes : l'acquisition des images, la reconstruction 3D de l'objet puis l'analyse des résultats.

Les paramètres utilisés pour l'acquisition des images sont les suivants :

- **Source de rayons X** : 125 kV – 240 μ A
- **Angle d'ouverture du faisceau** : 43°
- **Acquisition d'image** : 12,5 par seconde, moyenne de 15 images
- **Rotation** : 360°
- **Filtre** : aluminium

Le microtomographe utilisé au LMA pour caractériser la porosité osseuse des individus permet d'obtenir une image de 1920 x 1536 pixels et permet une reconstruction 3D de 50 à 25 μm^3 par voxel. Une calibration de noir et de gain a été effectuée pour éviter certains défauts de l'image reconstruite comme la présence de bandes ou de pixels.

II.2.2.2 Traitement des données tomographiques

Après reconstruction des structures 3D de chaque individu, une évaluation de la porosité est possible grâce aux images de coupe de l'os (Figure II-5). L'image d'une coupe de l'os est une image en noir et blanc avec un dégradé en fonction de la densité : plus le pixel est blanc, plus il y a de matière. L'image d'une coupe de l'os est une image en niveaux de gris avec un dégradé en fonction de la densité : du noir (absence de matière et donc d'atténuation des rayons X) au blanc (atténuation maximale due à l'interaction des rayons X avec de la matière).

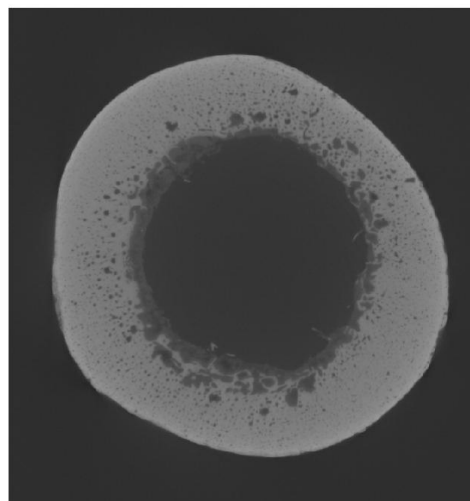


Figure II-5 : Image d'une coupe d'un os issue du tomographe après reconstruction (propriété LMA)

L'évaluation de la porosité de l'os réalisée sur MatLab se fait en deux étapes. La première est une binarisation de l'image (Figure II-6) permettant d'obtenir l'aire totale de l'os en retirant l'aire des pores « vides » : le nombre de pixel de valeur 1 (appelé P_{Bin}) correspond au nombre de pixels associés à l'os cortical. La deuxième étape est un filtrage de Sobel (Figure II-6) de

l'image permettant d'obtenir les contours des pores pleins et vides. Le nombre de pixels de valeur 1 (appelé P_{Sobel}) correspond au nombre de pixels associés aux limites de l'os cortical.

En divisant le nombre de pixels associés à l'os cortical par celui associé à ses limites, un pourcentage de « porosité » peut être estimé :

$$Porosité (\%) = \frac{P_{Bin}}{P_{Sobel}} \quad (II-18)$$

Ce pourcentage donne une tendance de l'échantillon à être poreux sans tenir compte de la taille des pores [29].

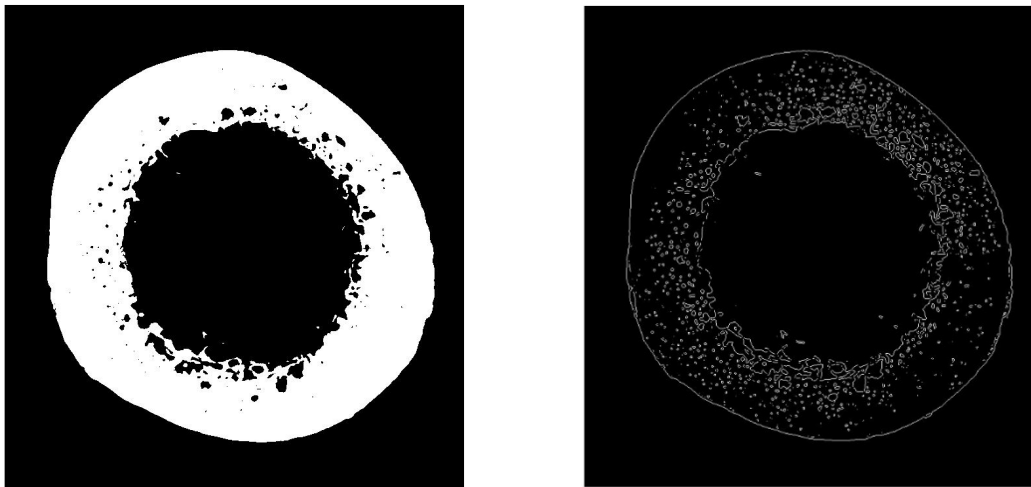


Figure II-6 : Image en coupe de l'os : Binarisation (gauche) et Filtrage de Sobel (droite)

II.2.3 Contrôle de la masse volumique

Comme présenté dans la partie théorique, l'estimation des coefficients de la matrice de rigidité est fonction des vitesses de propagation des ondes ultrasonores et de la masse volumique de l'échantillon. Si la mesure de la masse de l'échantillon est triviale, l'estimation du volume peut être plus complexe ; plusieurs paramètres peuvent alors altérer l'estimation de la masse volumique :

- **La géométrie de l'échantillon :** L'estimation du volume des échantillons par la mesure des arêtes des cubes peut entraîner des erreurs : celles-ci étant de l'ordre de quelques millimètres, l'usage d'un pied à coulisse limite la précision de cette mesure à 0,05 mm sur des faces considérées comme parallèles.

- **La porosité** : La porosité importante d'un échantillon a tendance à surestimer le volume total de l'échantillon. Le volume tient compte des pores et de l'os cortical alors que la masse tient compte uniquement de l'os cortical.
- **L'hydratation** : De manière générale, l'hydratation d'un os (en condition *in vitro*) peut légèrement varier due aux conditions climatiques (étude de la reprise hydrique en annexe) et, de ce fait, modifier légèrement la masse de l'échantillon. De plus dans notre cas, les mesures ultrasonores (présentées dans la partie suivante) sont effectuées soit dans l'air soit dans l'eau : la mesure de la masse est alors dépendante du temps et du moment où la mesure est réalisée.

Pour éviter ces problèmes, la mesure de la masse volumique est réalisée grâce à la technique de la poussée d'Archimède (Balance Pioneer PX323M et kit de densité). Cette méthode a l'avantage d'être indépendante des dimensions de l'échantillon. Elle demande une mesure de la masse de l'échantillon dans l'air et dans l'eau, la formule de la poussée d'Archimède permettant à partir de ces mesures d'estimer la masse volumique par la formule suivante :

$$\rho = \frac{A}{A-B}(\rho_0 - \rho_L) + \rho_L \quad (II-19)$$

où ρ est la masse volumique de l'échantillon, ρ_0 celle de l'eau, ρ_L celle de l'air, A la masse de l'échantillon dans l'air et B la masse de l'échantillon dans l'eau. Cette technique peut cependant être biaisée par l'air contenu dans les pores de l'échantillon. Pour limiter ce biais, les échantillons sont immergés et placés dans une pompe à vide : trois cycles de pompage sont réalisés pour enlever le maximum d'air au sein de l'échantillon. Enfin, puisque la masse volumique de l'eau dépend de sa température, ce dernier paramètre est surveillé pour assurer les conditions de mesure similaires entre les échantillons : la précision est alors de l'ordre de la troisième décimale ce qui, dans notre cas, est largement suffisant.

La précision de la mesure est de 0,01g (précision d'affichage certifiée) : soit une erreur de mesure inférieure à 6 % par rapport aux masses des échantillons étudiés.

II.2.4 Détermination des constantes de rigidité : mesures ultrasonores

II.2.4.1 Mesures en immersion des vitesses longitudinales

Un banc d'essai ultrasonore en immersion a été utilisé afin d'estimer les 3 premiers coefficients diagonaux de la matrice de rigidité à partir de la vitesse des ondes de compression dans les 3 axes. Ce banc ainsi que le programme de détection de vitesse ont déjà été validés sur l'os bovin [5] et sur l'os humain (enfant et adulte) [13]. Les intérêts d'un banc en immersion sont de garder les échantillons hydratés, d'assurer les mêmes conditions d'étude entre les échantillons. D'une part, la distance entre les transducteurs montés sur support, ne varie pas. D'autre part, la mesure en immersion permet de s'affranchir des variations liées à la répartition inhomogène d'un couplant à l'interface entre l'échantillon et le transducteur.

Le banc en immersion est présenté sur la Figure II-7. Pour les mesures ultrasonores, l'excitation électrique est une impulsion et les signaux sont enregistrés grâce à un oscilloscope numérique. Les transducteurs utilisés sont des pinducers de 5 MHz (CTS Valpey Corporation) plongés dans une cuve d'eau et utilisés comme émetteur et comme récepteur conformément au schéma (Figure II-7). Contrairement aux transducteurs classiques, les pinducers ont une petite surface d'émission (1 mm) permettant de focaliser l'émission dans la zone d'intérêt de l'os avec un spectre d'émission réduit centré autour de 5 MHz (Figure II-8).

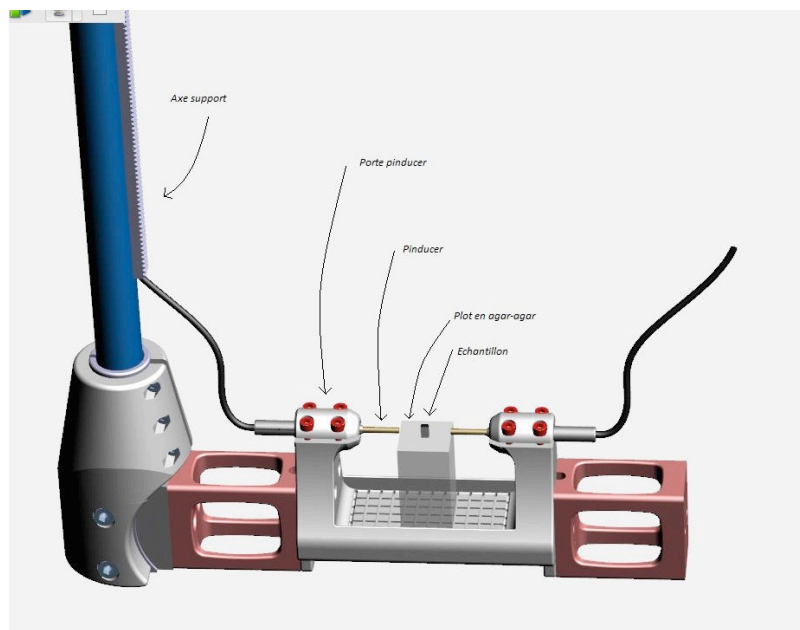


Figure II-7 : Banc d'essai pour les mesures en immersion

II.2.4.2 Mesures en contact des vitesses transversales

Afin de calculer les trois derniers coefficients diagonaux de la matrice de rigidité, les vitesses des ondes de cisaillement sont mesurées. Ces ondes se propageant mal dans l'eau, une mesure en contact est nécessaire. Pour mesurer les vitesses de propagation des ondes de cisaillement dans les trois plans, un banc d'essai a été réalisé : comme pour les mesures en immersion, ce banc a déjà été utilisé pour caractériser l'os d'enfant [13]. Les transducteurs utilisés (Panametrics V156) en émission et en réception ont une fréquence centrale de 2,5 MHz (Figure II-8). Le couplant utilisé entre les transducteurs et les échantillons est un couplant SWC (Shear Waves Couplant) particulièrement visqueux : ce couplant est notamment adapté pour une stimulation transversale contrairement aux couplants aqueux.

Les mesures en cisaillement se font selon un plan : un axe de propagation i et un axe de polarisation j pour la vitesse V_{ij} . Au total, six mesures de vitesses peuvent être effectuées selon les trois axes et en inversant la direction de propagation et la polarisation.

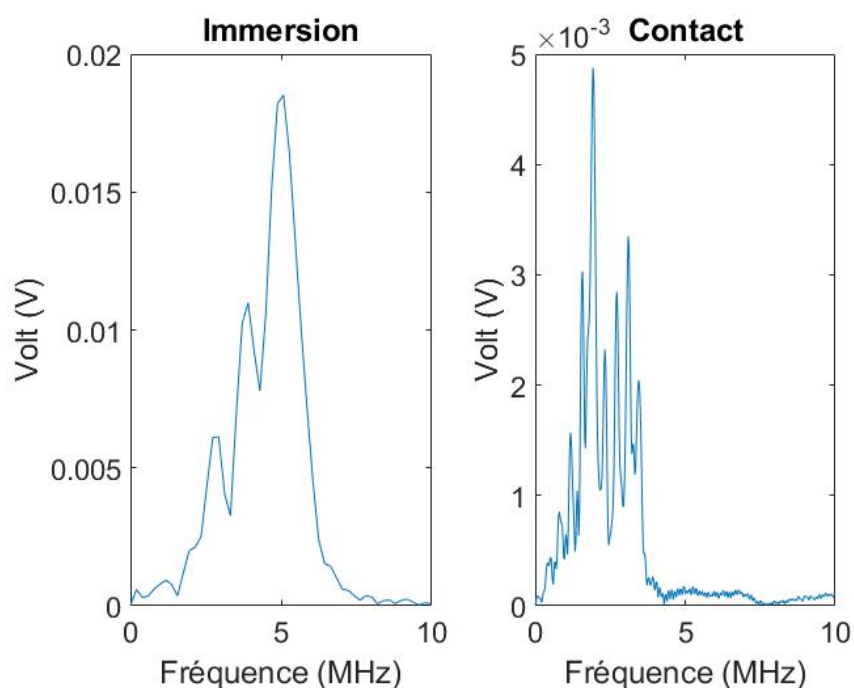


Figure II-8 : Spectre des matériaux de référence en immersion (eau) et en contact (aluminium)

II.2.4.3 Traitement des données ultrasonores

Les mesures de vitesses de propagation se font par une mesure de temps de vol associé à l'épaisseur de l'échantillon dans l'axe de propagation. Cette durée (t_{sample}) comprend le temps de génération, de propagation et les temps de réponses des transducteurs. Les conditions électriques étant invariantes pour les transducteurs, le retard dû à celles-ci reste inchangé pour les différentes chaînes de mesure. La détermination du temps de vol est présentée ci-dessous, d'abord pour la mesure en immersion, puis pour la mesure en contact.

a) Détermination du temps de vol en immersion

Dans le cas de la mesure en immersion, les transducteurs n'étant pas en contact direct avec l'échantillon, le temps de vol correspond au parcours de l'impulsion ultrasonore dans l'eau et dans l'échantillon : l'association du temps de vol mesuré à l'épaisseur de l'échantillon n'est donc pas directement possible. En effet, il est nécessaire de connaître la partie de ce temps de vol associée au trajet dans l'eau et celle associée à l'échantillon. Pour cela, une mesure du temps de vol de référence (t_{Ref} sur la Figure II-9) est réalisée sans échantillon (uniquement dans l'eau) : cette mesure peut être associée à la distance L_{Ref} entre les transducteurs (invariante pour les mesures en immersion) divisée par la vitesse V_{Ref} de l'onde dans l'eau (vitesse théoriquement connue).

$$t_{Ref} = \frac{L_{Ref}}{V_{Ref}} \quad (II-20)$$

Le temps de vol mesuré en présence de l'échantillon (Figure II-9) peut quant à lui s'écrire comme la somme du temps que met l'impulsion ultrasonore à traverser l'échantillon de longueur L_{Ech} à la vitesse longitudinale caractéristique de l'os et du temps que met l'impulsion à traverser la longueur restante entre les transducteurs à la vitesse de l'onde dans l'eau.

$$t_{Ech} = \frac{L_{Ech}}{V_{Ech}} + \frac{L_{Ref} - L_{Ech}}{V_{Ref}} \quad (II-21)$$

La différence entre le temps de vol de référence et le temps de vol dans l'échantillon nommée Δt peut être mesurée précisément grâce à une inter-corrélation entre le signal de référence et le signal avec l'échantillon. En insérant (II.20) dans (II.21) l'expression du Δt est:

$$\Delta t = t_{Ref} - t_{Ech} = L_{Ech} \left(\frac{V_{Ref} - V_{Ech}}{V_{Ech} V_{Ref}} \right) \quad (II-22)$$

Il est alors possible d'isoler V_{Ech} , seul paramètre inconnu et ainsi de calculer la vitesse de l'onde longitudinale dans l'échantillon :

$$V_{Ech} = \frac{V_{Ref}}{1 - \frac{\Delta t}{L_{Ech}} V_{Ref}} \quad (II-23)$$

Cette équation générale permet d'estimer la vitesse d'une onde sans information complémentaire. Elle peut donc être complétée pour informer sur l'axe d'étude/de propagation i .

$$V_{ii} = \frac{V_{Ref}}{1 - \frac{\Delta t_{ii}}{L_{Ech_{ii}}} V_{Ref}} \quad (II-24)$$

La vitesse d'une onde dans l'eau dépend de la pureté et de la température du fluide [30]. La température de l'eau lors de la mesure est contrôlée de 17 °C et reste stable lors des mesures sur l'os permettant de définir la vitesse de l'onde dans l'eau à 1470 m/s.

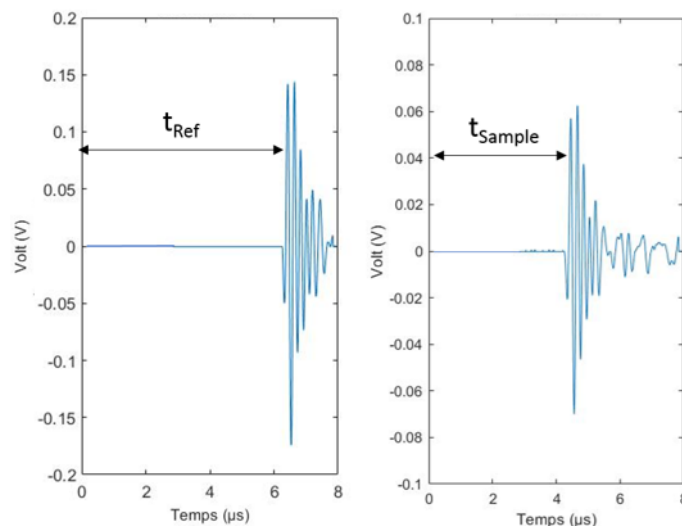


Figure II-9 : Temps de vol en immersion pour le signal de référence (t_{Ref}) et pour un signal typique sur échantillon (t_{Sample})

b) Détermination du temps de vol en contact

Les temps de vol en contact sont plus simples à mesurer puisque celui-ci correspond au temps de propagation uniquement dans l'échantillon. Plusieurs méthodes simples existent pour détecter le temps d'arrivée de l'onde dans un milieu unique et d'estimer le temps de vol (maximum d'amplitude, premier passage par zéro), cependant la réponse fréquentielle de l'os peut dénaturer l'onde incidente et rendre cette détection automatique difficile voire fausse. Pour réduire ce risque, le choix a été fait, comme pour la mesure en immersion, de procéder à une

inter-corrélation entre un signal de référence dans un matériau connu et le signal issu de l'os (Figure II-10) : le Δt en découlant tient compte du temps de vol dans l'échantillon osseux et dans le matériau de référence.

$$\Delta t = t_{Ref} - t_{Ech} = \frac{L_{Ref}}{V_{Ref}} - \frac{L_{Ech}}{V_{Ech}} \quad (II-25)$$

La vitesse de l'onde dans l'os peut alors être isolée et être estimée par la formule suivante :

$$V_{Ech} = \frac{L_{Ech}}{\frac{L_{Ref}}{V_{Ref}} - \Delta t} \quad (II-26)$$

Cette équation générale permet d'estimer la vitesse d'une onde sans information complémentaire. Elle peut donc être complétée pour informer sur l'axe d'étude/de propagation i et l'axe de polarisation de l'onde j .

$$V_{ij} = \frac{L_{Ech_i}}{\frac{L_{Ref}}{V_{Ref}} - \Delta t_{ij}} \quad (II-27)$$

Le matériau de référence est une plaque étalon d'aluminium de 3 mm dont la vitesse théorique de l'onde de cisaillement est définie à la valeur à 2962 m/s. Cette vitesse est estimée à partir d'une moyenne de plusieurs mesures ultrasonores sur différentes plaques étalon d'épaisseurs différentes.

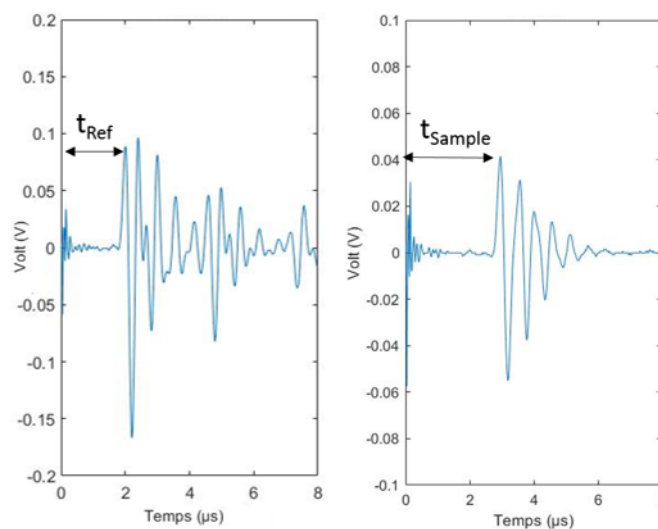


Figure II-10 : Temps de vol en contact pour le signal de référence (t_{Ref}) et pour un signal typique sur échantillon (t_{Sample})

II.2.4.4 Hypothèses de l'étude

Si les mesures ultrasonores ont pour but d'identifier une évolution de l'os dans le temps *post mortem*, de nombreux paramètres peuvent entraîner des différences entre les individus étudiés, qu'ils soient liés au DPM ou non, connus ou non. Afin de limiter le nombre de paramètres suivis, plusieurs hypothèses sont posées sur le comportement mécanique de l'os :

- **H1** : L'hypothèse d'un modèle isotrope transverse permet de réduire le nombre de coefficients de rigidité par rapport au modèle orthotrope : elle permet d'une part d'associer C_{11} à C_{22} et C_{44} à C_{55} , et d'autre part d'estimer le coefficient extra diagonal C_{12} . Théoriquement, si $C_{11} = C_{22}$ et $C_{44} = C_{55}$ alors l'hypothèse est vérifiée.
- **H2** : L'hypothèse d'homogénéité locale de l'os permet de considérer toutes mesures sur l'os équivalentes et ce peu importe l'échantillon choisi. L'intérêt de cette hypothèse est de questionner le facteur humain sur les mesures : si les mesures dépendent fortement de l'emplacement de l'échantillon dans l'os cortical, alors toute conclusion entre individus devra tenir compte de la localisation de celles-ci. Théoriquement, si $C_{ii \text{ Ech } a} = C_{ii \text{ Ech } b}$ alors l'hypothèse est vérifiée.
- **H3** : L'hypothèse la plus forte de ce chapitre (et par extension de ce manuscrit) est que l'évolution mécanique *post mortem* de l'os serait plus forte que les différences intrinsèques entre individus. Cette hypothèse suggère la possibilité de grouper des individus ayant des DPM du même ordre de grandeur, et de trouver des différences singulières entre ces groupes. La comparaison des trois/quatre groupes d'individus de DPM différents tend à questionner cette hypothèse.

Afin de confirmer ou infirmer certaines de ces hypothèses, un test statistique est mis en place. Les tests statistiques sont généralement associés à une loi de distribution ce qui dans notre cas, et par le faible nombre d'individu, est complexe. Le test statistique de *Wilcoxon – Mann – Whitney* (WMW) a été retenu car c'est un test non paramétrique *pour l'analyse de données de paires appariées sur la base de différences* [31][32], il permet donc la comparaison de deux groupes contenant un faible nombre d'échantillons (< 30) *L'hypothèse nulle est que les différences ont une distribution centrée autour de zéro.*

Le test donne une valeur de probabilité p -value, comprise entre 0 et 1. La valeur de cette p -value permet de tester l'hypothèse nulle H_0 : *les deux groupes sont issus d'une même population*. L'hypothèse nulle ne peut jamais être acceptée, il est seulement possible de plaider contre elle. Les seuils suivants sont généralement utilisés :

- $p \leq 0,01$: très forte présomption contre l'hypothèse nulle.
- $0,01 < p \leq 0,05$: forte présomption contre l'hypothèse nulle.
- $0,05 < p \leq 0,1$: faible présomption contre l'hypothèse nulle.
- $p > 0,1$: pas de présomption contre l'hypothèse nulle.

Afin de simplifier l'analyse, un seuil est défini pour rejeter ou valider l'hypothèse nulle :

- **Si $p \leq 0,05$ alors $H_0 = 1$** : rejet de l'hypothèse nulle, les deux groupes sont issus de populations différentes avec moins de 5 % d'erreur.
- **Si $p > 0,05$ alors $H_0 = 0$** : pas de rejet de l'hypothèse nulle, les groupes *peuvent être* issus d'une même population.

Le test WMW peut prendre deux formes : soit les données sont appariées, soit elles sont dépariées. Dans le cas des données appariées, des couples d'observation sont constitués entre les groupes 1 et 2 : chaque groupe doit alors avoir le même nombre de données. L'étude est réalisée sur $2n$ valeurs et leur comparaison s'écrit :

$$Z_i = X_i - Y_i, \quad i = 1, 2, \dots, n \quad (II-28)$$

avec X_i les valeurs du groupe 1 et Y_i les valeurs du groupe 2. Le test statistique interroge alors le rang des couples d'observation décrit par Z_n .

Le test WMW peut être aussi appliqué à des données dépariées : les deux groupes comparés n'ont pas le même nombre de données (X_n, Y_m avec $n \neq m$). À ce moment les deux groupes sont mélangés et la comparaison est réalisée sur la somme des rangs des valeurs de ce groupe total.

II.3. Résultats

II.3.1 Contrôle de la porosité

Les mesures tomographiques permettent d'évaluer la porosité de l'os par un ratio entre les pixels de l'image tomographique associés à l'os et les pixels associés aux bordures des pores. Si ce taux de porosité ne peut être calculé pour la zone de l'os étudiée par les transducteurs, il permet de donner une idée générale de porosité de l'individu en question. Les valeurs des taux de porosité sont présentées dans le Tableau II-2 et sont dans la gamme des valeurs trouvées dans la littérature [29]. Un code couleur est utilisé pour faciliter la comparaison entre le Tableau II-2 et la Figure II-11 ci-dessous.

	INDIVIDU 1	INDIVIDU 2	INDIVIDU 3
G1 : 1 - 3 ANS	5,8 %	10,7 %	5,2 %
G2 : 10 - 13 ANS	5,3 %	11,6 %	7,9 %
G3 : ~ 50 ANS	6,4 %	4,1 %	5,6 %
G4 : ARCHEO	6,1 %	5,0 %	

Tableau II-2 : taux de porosité des individus

Le pourcentage de porosité médian est de 5,8 % : tous les individus ayant un pourcentage égal ou supérieur sont présentés en rouge, les individus ayant un pourcentage inférieur sont présentés en bleu et deux individus en noir présentent des résultats singuliers qui seront discutés dans la Figure II-11. De tous les individus, deux présentent des taux de porosité élevés au-dessus de 10 % (Figure II-11 en rouge gras). Ces deux individus ont posé des problèmes lors des mesures ultrasonores : l'individu 2 du groupe G1 présentait une épaisseur corticale très faible rendant difficile la découpe en cubes et l'individu 2 du groupe G2 avait des mesures de coefficients relativement basses par rapport aux valeurs de son groupe (cf. II.3.3). Ce dernier individu a d'ailleurs subi une deuxième découpe d'échantillons cubique dans une zone moins poreuse que la première. Ces deux individus ont été dans un premier temps retirés de l'étude pour assurer la comparabilité des individus entre eux par rapport à leurs porosités : les résultats relatifs aux individus à porosité élevée seront présentés dans la discussion afin d'analyser l'effet de la porosité sur la mesure ultrasonore.

Il est aussi possible, à partir des images tomographiques, d'étudier l'évolution de la porosité dans l'épaisseur de la corticale. Pour cela, un parallélépipède rectangle est choisi pour chaque mesure tomographique allant de l'extérieur de l'os à l'intérieur. Pour limiter l'influence des pores, une moyenne de densité est réalisée dans l'axe transversal et longitudinal de l'os : il en sort alors un vecteur retraçant l'évolution de la densité moyenne de l'os en fonction de la profondeur de la corticale. Ces évolutions sont présentées dans la Figure II-11 pour chacun des individus sous les noms (G n : Ind m) ou n correspond au groupe (G1 : 1 – 3 ans, G2 : 10 – 13 ans, G3 : ~50 ans et G4 : Archéo) et m correspond à l'individu.

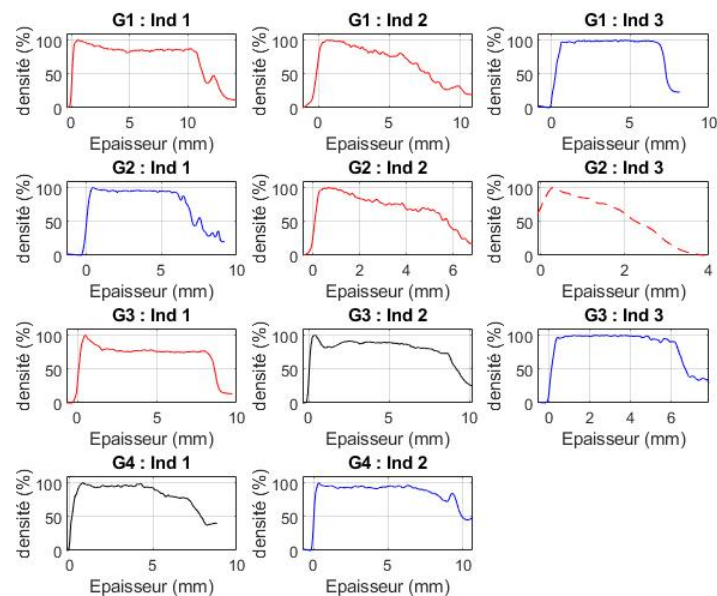


Figure II-11 : Évolution de la densité moyenne des échantillons osseux en fonction de la profondeur corticale

De ces profils d'évolutions corticales, deux tendances se dégagent. Pour certains individus (Figure II-11 en bleu), la densité n'évolue pas ou peu en fonction de la profondeur corticale : chacun de ces individus présente un taux de porosité inférieur à la médiane (de 5,0% à 5,6% pour une médiane à 5,8%). Inversement, certains individus (Figure II-11 en rouge) montrent une évolution significative de leurs densités en fonction de la profondeur corticale : ces individus présentent des taux de porosité supérieurs à la médiane. De ces individus, le (G1 : Ind 1) et le (G3 : Ind 1) ont une densité évoluant rapidement avant de se stabiliser : ce sont d'ailleurs les individus en rouge ayant un taux de porosité les plus près de la médiane (5,8% et 6,4%). Les individus (G1 : Ind 2), (G2 : Ind 2) et (G2 : Ind 3) montrent une dégradation continue de leurs densités en fonction de la profondeur corticale : ils présentent aussi les taux de porosité les plus élevés. L'épaisseur de l'individu (G2 : Ind 3) estimée à partir des images du tomographe (~2

mm) est inférieure à ce que l'on constate par une mesure au pied à coulisse : cette remarque peut être due à une taille de voxel différente par rapport aux autres mesures ($50 \mu\text{m}^3$ contre $25 \mu\text{m}^3$ pour les autres mesures). Enfin les individus (G3 : Ind2) et (G4 : Ind 1) sont tracés en noir puisqu'ils présentent une tendance singulière par rapport aux autres. La densité de l'individu (G4 : Ind 1) n'évolue pas dans les premiers millimètres de la corticale avant de chuter à un deuxième plateau : ce deuxième plateau pourrait expliquer le taux de porosité légèrement supérieur à la médiane. L'individu (G3 : Ind 2) quant à lui est le seul à présenter une hausse de sa densité en fonction de la profondeur : la densité diminue dans le premier millimètre avant de remonter à un plateau. Cet individu propose le taux de porosité de plus bas et il est difficile de lier ce taux à son profil de densité.

II.3.2 Contrôle de la masse volumique

La mesure des coefficients d'élasticité est fonction de la vitesse dans le milieu et de la masse volumique. Avant de s'intéresser aux mesures des vitesses nécessaires au calcul des coefficients, il est possible d'étudier l'influence de la masse volumique.

Chaque individu est étudié par 3 cubes d'os et donc caractérisé par 3 masses volumiques : la différence entre ces 3 masses volumiques est en moyenne de 1,70 % pour une différence maximale de 3,16 % (cf. Tableau II-3). La masse volumique entre les 3 cubes provenant d'un même individu est donc stable (différence de l'ordre de la précision de la balance).

L'évolution de la masse volumique est présentée dans le Tableau II-3 en regroupant les individus selon 4 classes de DPM : de 1 à 3 ans, de 10 à 13 ans, environ 50 ans et archéologique. Malgré le faible nombre d'individus de cette étude, ces groupes permettent une moyenne des paramètres *pré mortem* : la différence relative au sein des groupes est inférieure à 6 %. Compte tenu des erreurs relatives, aucune évolution n'apparaît significativement en fonction du DPM : la masse volumique de la corticale osseuse n'est donc que peu influencée par le DPM. Cette remarque tend à suggérer que la perte de matière organique, conséquence de la diagenèse, influence peu la masse volumique de l'os.

	Moyenne (g/cm³)	Écart type (g/cm³)	Écart type relatif (%)	Valeur maximale (g/cm³)	Valeur minimale (g/cm³)
Os 1 – 3 ans	1,90	0,05	2,7 %	1,96	1,82
Os 10 – 13 ans	1,91	0,11	5,7 %	2,01	1,78
Os ~50 ans	1,81	0,08	4,2 %	1,93	1,67
Archéo	1,80	0,04	2,2 %	1,82	1,78
Total	1,86	0,09	4,90 %	2,01	1,67

Tableau II-3: Masse volumique moyenne de chaque groupe d'individus

II.3.3 Évolution de l'anisotropie de l'os

II.3.3.1 Évolution des coefficients diagonaux de la matrice de rigidité avec le DPM

Les coefficients diagonaux de la matrice de rigidité ont pu être calculés grâce aux masses volumiques et aux mesures de vitesses en compression et en cisaillement selon les trois directions principales des échantillons osseux. Dans un premier temps, les trois derniers coefficients découlant des mesures en cisaillement ont été calculés grâce aux moyennes des vitesses correspondantes V_{ij} et V_{ji} . Afin d'assurer la comparabilité des individus entre eux, les deux individus présentant des taux de porosité élevée ($> 10\%$) sont retirés des données : les individus retenus ont alors un taux de porosité moyen de 5,8 % avec un écart type maximal de 2,1 %. L'impact de la porosité sur la mesure ultrasonore sera quant à lui présenté dans la partie discussion.

La Figure II-12 présente les coefficients diagonaux mesurés pour tous les individus en fonction de leurs DPM. Le Tableau II-4 présente la moyenne de ces coefficients pour quatre groupes de DPM différents (1 – 3 ans, 10 – 13 ans, ~50 ans et archéo) ainsi que leurs écarts types.

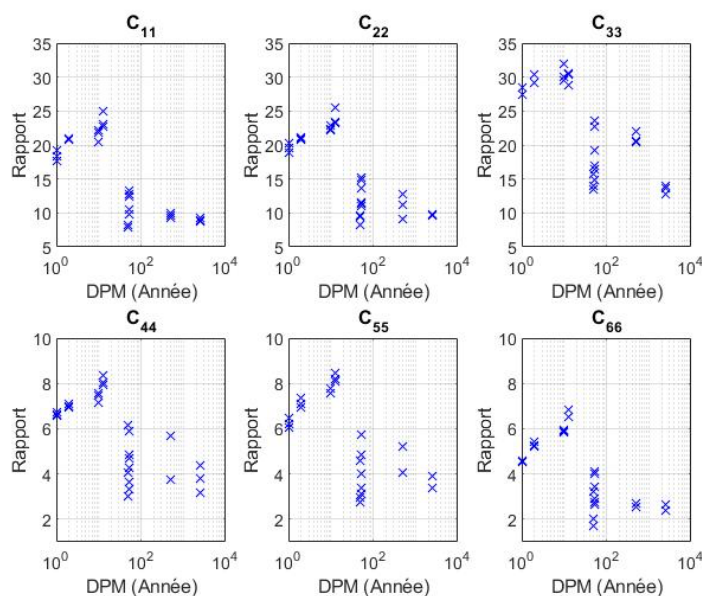


Figure II-12 : Coefficients diagonaux mesurés en fonction du DPM

	C₁₁	C₂₂	C₃₃
G1 : 1 - 3 ANS	19,6 GPa ± 7,2%	20,2 GPa ± 6,3%	28,6 GPa ± 7,0%
G2 : 10 - 13 ANS	22,5 GPa ± 6,4%	23,2 GPa ± 5,4%	30,2 GPa ± 3,6%
G3 : ~ 50 ANS	10,4 GPa ± 22,7%	11,7 GPa ± 23,5%	17,4 GPa ± 22,1%
G4 : ARCHEO	9,3 GPa ± 5,6%	10,4 GPa ± 8,7%	17,2 GPa ± 31,1%
	C₄₄	C₅₅	C₆₆
G1 : 1 - 3 ANS	6,8 GPa ± 3,9%	6,7 GPa ± 7,6%	4,9 GPa ± 8,6%
G2 : 10 - 13 ANS	7,7 GPa ± 5,6%	8,0 GPa ± 4,1%	6,3 GPa ± 7,5%
G3 : ~ 50 ANS	4,1 GPa ± 37,3%	4,0 GPa ± 38,4%	2,9 GPa ± 38,8%
G4 : ARCHEO	4,5 GPa ± 17,7%	4,0 GPa ± 17,6%	2,6 GPa ± 4,7%

Tableau II-4 : Évolution des coefficients diagonaux par groupe d'âge

Les écarts types présentés dans le Tableau II-4 montrent des mesures répétables pour les groupes G1 et G2 à la fois entre les individus du même DPM, mais aussi entre les trois échantillons issus d'un même individu (écart type maximal de 8,6 % pour ces deux groupes). Cette remarque n'est pas valide pour les groupes G3 et G4 dont les écarts types peuvent atteindre 38 %. Rappelons que les individus retenus pour ces quatre groupes sont supposés comparables : ni leurs taux de porosité, ni leurs masses volumiques, ne permettent de les distinguer. Les valeurs des coefficients mesurés pour les groupes G3 et G4 sont comparables, ne nous permettant pas de les différencier. Le DPM est le seul paramètre connu pouvant différencier ces individus. Contrairement aux groupes G1 et G2, les mesures des coefficients

dépendent de leurs altérations *post mortem* différentes d'une part, entre les individus et d'autre part, entre les échantillons issus d'un même individu.

Les valeurs des coefficients présentées montrent une légère augmentation entre les groupes G1 et G2 (de 1 à 3 GPa) puis une chute drastique entre les groupes G2 et G3 (proche d'un facteur 2). Les groupes G3 et G4 ne semblent pas se différencier. Ces différences entre les groupes sont soulignées pour le test statistique WMW présenté dans le Tableau II-5 : un seuil de 0,05 est utilisé. Ce seuil permet de distinguer les groupes G1 // G2 et G2 // G3 a des populations différentes (forte présomption de rejet de l'hypothèse nulle, $H_0 = 1$). En revanche ce seuil ne permet pas de dissocier les groupe G3 // G4 (accord avec l'hypothèse nulle, $H_0 = 0$).

		C₁₁	C₂₂	C₃₃	C₄₄	C₅₅	C₆₆
G1 // G2	<i>H₀</i>	1	1	1	1	1	1
	<i>p-value</i>	0,015	0,002	0,039	0,002	0,002	0,002
G2 // G3	<i>H₀</i>	1	1	1	1	1	1
	<i>p-value</i>	0,001	< 0,001	0,001	< 0,001	< 0,001	< 0,001
G3 // G4	<i>H₀</i>	0	0	0	0	0	0
	<i>p-value</i>	0,37	0,39	0,78	0,76	0,89	0,21

Tableau II-5 : Comparaison des groupes par le test de WMW pour un seuil de 0,05.

Rappelons que ce test statistique se limite à l'étude du rang des données. Ce test indique la possibilité de regrouper les données mesurées des quatre groupes en trois populations distinctes : les caractéristiques de ces trois populations seront discutées plus bas cependant la dernière population regroupant les groupes G3 et G4 suggère que le comportement mécanique de l'os n'évolue plus significativement pour des DPM supérieurs à 50 ans.

II.3.3.2 Évolution des rapports d'anisotropie

Les rapports d'anisotropie ont été calculés pour chaque échantillon de chaque individu et sont représentés dans la Figure II-13. La valeur moyenne de ces rapports par groupe de DPM ainsi que leurs écarts types sont répertoriés dans le Tableau II-6.

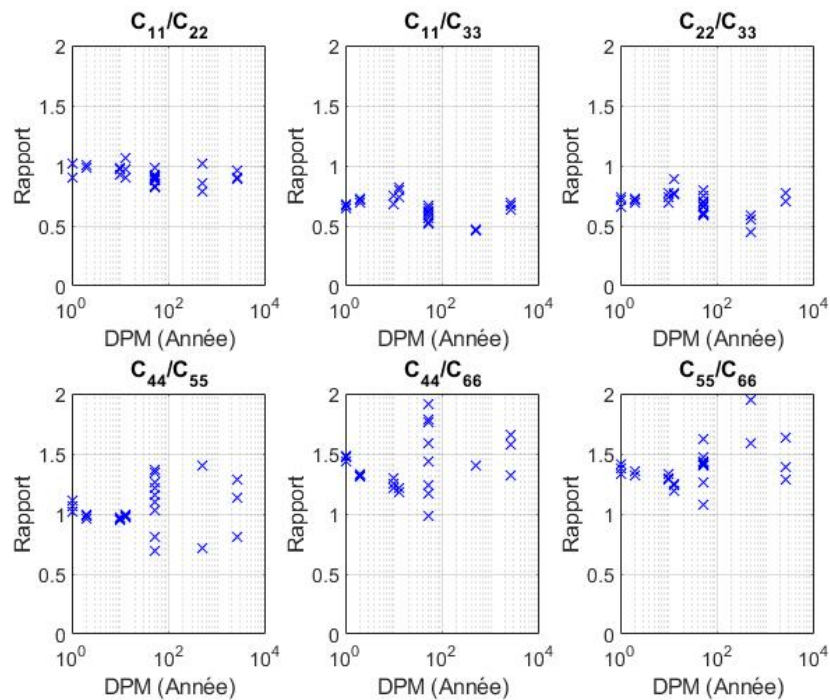


Figure II-13 : Rapport d'anisotropie des individus en fonction de leurs DPM

	C_{11}/C_{22}	C_{11}/C_{33}	C_{22}/C_{33}
G1 : 1 - 3 ANS	0,97 ± 6%	0,69 ± 4%	0,71 ± 4%
G2 : 10 - 13 ANS	0,97 ± 6%	0,75 ± 8%	0,77 ± 8%
G3 : + 50 ANS	0,90 ± 5%	0,60 ± 9%	0,67 ± 10%
G4 : ARCHEO	0,90 ± 9%	0,56 ± 20%	0,63 ± 19%
	C_{44}/C_{55}	C_{44}/C_{66}	C_{55}/C_{66}
G1 : 1 - 3 ANS	1,02 ± 6%	1,39 ± 6%	1,36 ± 2%
G2 : 10 - 13 ANS	0,97 ± 2%	1,23 ± 3%	1,27 ± 4%
G3 : + 50 ANS	1,11 ± 21%	1,54 ± 23%	1,39 ± 11%
G4 : ARCHEO	1,07 ± 28%	1,64 ± 22%	1,57 ± 16%

Tableau II-6 : Moyenne et écart type des rapports d'anisotropie par groupe de DPM

De manière générale, les estimations des rapports des groupes G3 et G4 sont moins répétables que celles des groupes G1 et G2 : les deux groupes les plus jeunes ont des écarts types inférieurs à 8 % alors que les deux groupes les plus vieux ont des écarts types compris entre 5 % et 28 %. Ces écarts peuvent être associés aux différences entre individus appartenant au même groupe et/ou aux différences entre échantillons issus d'un même individu. La partie de la discussion traitant de l'homogénéité de l'os permettra de préciser l'origine de ces différences.

Les rapports C_{11}/C_{22} et C_{44}/C_{55} renseignent sur le modèle d'anisotropie appliqué à l'os. La moyenne des résultats par groupe montre que l'os est *globalement* isotrope transverse à 10 % près : les rapports moyens ont des valeurs comprises entre 0,90 et 1,11. Cependant cette hypothèse d'isotropie transverse semble évoluer avec le DPM : les groupes G1 et G2 ont des rapports plus proches de 1 (différence inférieure à 0,03 pour des écarts types inférieurs à 6 %) que les rapports des groupes G3 et G4 (différence supérieure à 0,07 pour des écarts types compris entre 5 % et 28 %).

II.4. Analyses des résultats et discussion

II.4.1 Définition d'un état initial de l'os *post mortem*

Les mesures ultrasonores sur les individus de différents DPM ont été comparées entre elles sans tenir compte de données extérieures présentées dans la littérature. Pour cause, aucune étude n'a été réalisée en ultrasons sur la question de la dégradation *post mortem* de l'os. Cependant les résultats de ce chapitre suggèrent une évolution tardive des coefficients pour des DPM au moins supérieurs à 10 ans. Cette remarque suggère que les résultats obtenus sur les individus récents sont comparables aux études réalisées dans le domaine médical : pour s'approcher des conditions de l'os vivant, ces études sont réalisées sur des os frais.

Les résultats des groupes G1 et G2 de DPM compris entre 1 et 13 ans peuvent être comparés à trois études traitant de l'os adulte dans le domaine médical [13][4][2]. Le Tableau II-7 regroupe les résultats du groupe G1 et G2 et les valeurs des coefficients issus des trois études de la littérature.

COEFFICIENT	G1 : 1 – 3 ANS	G2 : 10 – 13 ANS	LEFEVRE ET AL. [13]	HOFFMEISTER ET AL. [4]	ASHMAN ET AL. [2]
C_{11}	19,6 GPa	22,5 GPa	17,7 GPa	19,5 GPa	18,0 GPa
C_{22}	20,2 GPa	23,2 GPa	17,7 GPa	20,1 GPa	20,2 GPa
C_{33}	27,6 GPa	30,2 GPa	28,0 GPa	30,9 GPa	27,6 GPa
C_{44}	6,8 GPa	7,7 GPa	4,69 GPa	5,72 GPa	6,23 GPa
C_{55}	6,7 GPa	8,0 GPa	4,72 GPa	5,17 GPa	5,61 GPa
C_{66}	4,9 GPa	6,3 GPa	3,60 GPa	4,05 GPa	5,52 GPa

Tableau II-7 : Comparaison des groupes G1 et G2 aux valeurs trouvées dans la littérature

Si les résultats de ce chapitre sont comparables aux valeurs de la littérature, elles semblent légèrement plus hautes que celles des études présentées. Cette différence peut être due à un paramètre non maîtrisé sur nos individus, à savoir l'âge *pré mortem*. L'âge *pré mortem* des individus présentés dans l'étude d'Hoffmeister est compris entre 45 et 68 ans et celle de Lefevre entre 50 et 95 ans (les âges *pré mortem* des individus de l'étude d'Ashman et al. ne sont pas précisés). Malgré le manque d'information sur les échantillons livrés par l'IRCGN, il est possible de suggérer une différence d'approvisionnement des individus : pour les études du domaine médical, les échantillons osseux proviennent de don alors que l'IRCGN fournit des échantillons provenant d'enquêtes. Si le domaine médical peine à avoir dans ses donneurs des individus dans la fleur de l'âge (20 – 40 ans), l'IRCGN a accès à ces individus.

Les résultats montrent que les os ayant un DPM < 13 ans peuvent être comparés au domaine médical, contrairement aux os de DPM > 50 ans. D'une part, les études de la fluorescence par UV de l'os montrent une distinction possible entre individus ancien et récent pour un délai minimum d'environ 50 ans [33]. D'autre part, les études de chimiluminescence montrent elles aussi une distinction complexe pour des individus de DPM inférieurs à 15 ans [34] et une distinction ancien/récent précise pour des DPM de plus de 50 ans : résultats très similaires à ceux présentés dans ce chapitre, confortant l'hypothèse selon laquelle l'os évolue de manière significative entre 13 et 50 ans.

II.4.2 Influence de la porosité sur la mesure ultrasonore

Comme indiqué dans la partie résultats, les individus présentant une forte porosité (supérieure à 10 %) ont été retirés de l'étude afin d'assurer la comparaison des différents individus. Des deux individus retirés, seul un a permis une étude ultrasonore (G2 : Ind 2). Cette étude ultrasonore a été réalisée en immersion pour pouvoir placer le pinducer à différents emplacements de l'épaisseur corticale. En revanche, le diamètre des transducteurs à ondes de cisaillement dépassait les dimensions des échantillons et n'a pas permis la réalisation des mesures à un placement spécifique de la corticale.

Le Tableau II-8 présente les valeurs des trois premiers coefficients diagonaux sur l'individu le plus poreux ainsi que le rapport C_{11}/C_{22} pour juger du modèle d'anisotropie pour trois positions du transducteur. Pour les coefficients C_{22} et C_{33} la valeur « haute » correspond à une position proche de l'extérieur de la corticale alors que la valeur « basse » correspond à un placement du transducteur proche dans la partie intérieure de la corticale.

	C_{11}	C_{22}	C_{33}	C_{11}/C_{22}
HAUT	12,3 GPa	16,1 GPa	22,8 GPa	0,76
MILIEU	11,4 GPa	14,6 GPa	21,1 GPa	0,78
BAS	12,2 GPa	13,4 GPa	20,5 GPa	0,91

Tableau II-8 : Trois premiers coefficients et rapport d'anisotropie en fonction de l'emplacement cortical.

Tout d'abord, on remarque que les valeurs des coefficients évoluent en fonction de l'emplacement du transducteur dans l'épaisseur corticale (de 16,1 à 13,4 GPa pour C_{22} et de 22,8 à 20,5 GPa pour C_{33}) : l'influence de l'emplacement cortical est soulignée par la faible évolution de C_{11} (de 12,3 à 12,2 GPa) prenant en compte à chaque fois toute l'épaisseur. Le rapport C_{11}/C_{22} informant sur un choix de modèle d'anisotropie montre que cet échantillon n'est pas isotrope transverse contrairement aux autres individus du groupe G2 auquel il pourrait être

associé.

De manière globale, les valeurs des coefficients mesurés pour cet individu sont significativement plus basses que les valeurs obtenues pour le groupe G2 : cette remarque pourrait remettre en question les conclusions quant à l'évolution des coefficients dans le temps *post mortem*. Pour vérifier que cette différence n'est pas due à une zone particulièrement poreuse de l'os, un autre échantillon a été découpé sur l'individu (G2 : Ind 2) en veillant à sélectionner une zone de l'os dense.

Le Tableau II-9 présente la valeur moyenne des coefficients présentés dans le Tableau II-8 (G2 : Ind 2.a) et les valeurs des coefficients du même individu dans une zone plus dense (G2 : Ind 2.b).

	C_{11}	C_{22}	C_{33}	C_{11}/C_{22}
G2 : TOTAL	22,5 GPa	23,2 GPa	30,2 GPa	0,97
G2 : IND 2.A	12,0 GPa	14,7 GPa	21,4 GPa	0,81
G2 : IND 2.B	17,3 GPa	17,1 GPa	27,1 GPa	1,01

Tableau II-9 : Comparaison de l'individu le plus poreux avec groupe de référence G2.

Une nette différence apparaît entre les valeurs des coefficients mesurés dans la zone poreuse et celles mesurées dans la zone plus dense : ces dernières valeurs se rapprochent davantage des valeurs moyennes du groupe G2. Le rapport C_{11}/C_{22} tend à associer cet échantillon au modèle isotrope transverse. Ces remarques rassurent quant à l'association à une population unique des individus du groupe G2, cependant elles soulignent l'influence de la porosité sur la mesure ultrasonore et sur le comportement mécanique de l'os.

Cette influence de la porosité sur la mesure ultrasonore est déjà soulignée par de nombreux auteurs [35][11][36][6] et pourrait être une des limites importantes à l'application d'une technique de datation par méthodes ultrasonores. Cette remarque tend à confirmer la nécessité d'une étude multi-physique pour pouvoir améliorer les techniques de datation déjà existantes.

II.4.3 Influence de la masse volumique sur les mesures ultrasonores

Comme présenté dans la partie résultat, la masse volumique change peu entre les différents individus étudiés. Cependant les coefficients diagonaux, mesurés en fonction de la vitesse et de la masse volumique, permettent de répartir les individus en trois populations distinctes (et non quatre, les groupes G3 et G4 étant similaire aux vues des résultats ultrasonores et de masse volumique) : une pour les individus de 1 – 3 ans, une pour les individus de 10 – 13 ans et une pour les individus de DPM supérieurs à 50 ans. Indépendamment du DPM, il est possible d'étudier l'influence de la masse volumique sur les coefficients.

La somme des coefficients diagonaux de la matrice de rigidité est un paramètre intéressant à suivre : cette somme est appelée la Trace de la matrice. La trace est un paramètre global indépendant de l'axe d'étude permettant une vision moyennée de la matrice : l'étude n'est pas faite alors sur six coefficients indépendants mais sur un unique paramètre.

La Figure II-14 présente la trace de chaque échantillon de chaque individu en fonction de leurs DPM et de leurs masses volumiques. Un code couleur est utilisé pour faire le lien entre la figure de gauche et celle de droite : le groupe G1 (1 – 3 ans) est représenté en bleu, le groupe G2 (10 – 13 ans) en rouge et les groupes G3, G4 (plus de 50 ans noté par la suite G3+4) en noir.

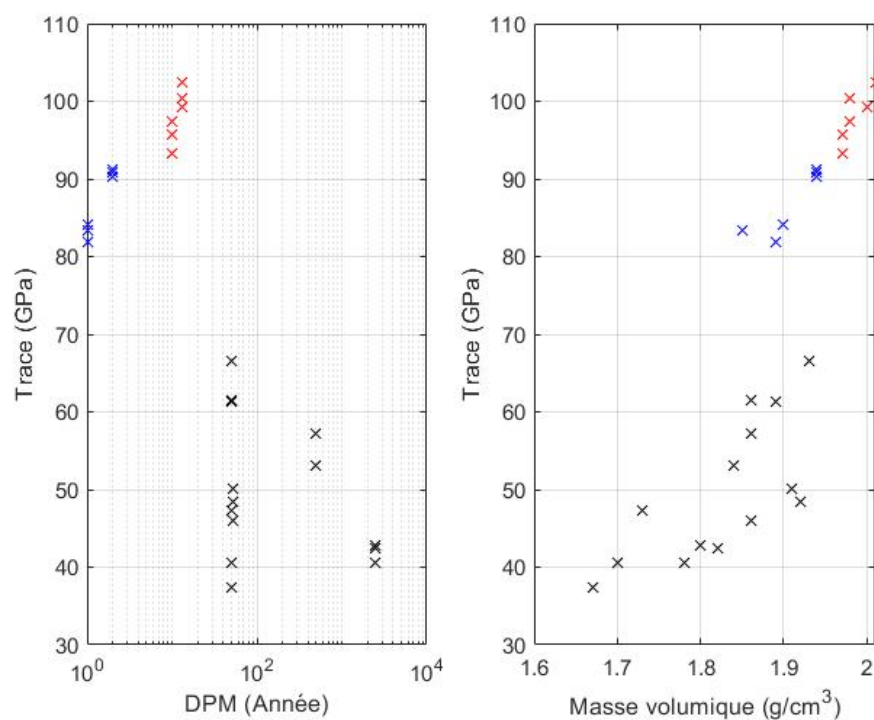


Figure II-14 : Trace de la matrice de rigidité en fonction du DPM et de la masse volumique par groupe : G1 en bleu, G2 en rouge, G3 et G4 en noir

Tout d'abord, la trace de la matrice en fonction du DPM suit les tendances révélées sur les différents coefficients diagonaux : une légère augmentation est visible entre le groupe G1 (Figure II-14 en bleu) et le groupe G2 (Figure II-14 en rouge) suivie d'une chute importante entre les groupes G2 (Figure II-14 en rouge) et G3 et G4 (Figure II-14 en noir). Comme présenté dans la partie II.3.2, la masse volumique ne permet pas répartir les différents groupes dans différentes populations distinctes (les valeurs sont comprises entre 1,7 et 2 g/cm³). Cependant la Trace en fonction de la masse volumique permet d'une part, de séparer les différents groupes dans 3 populations distinctes et d'autre part, semble montrer une relation proportionnelle : plus la masse volumique est faible plus la trace de la matrice le sera aussi.

L'évolution de la trace permet, comme pour l'étude des coefficients isolés, de répartir les groupes d'individus en trois populations distinctes : cette répartition est soutenue par le test de WMW avec un seuil de 0,01 (Tableau II-10). Le même test peut être réalisé en fonction de la masse volumique. Si les groupes G1 // G2 et G2 // G3+4 peuvent être répartis en deux populations, ce n'est pas le cas des groupes G1 // G3+4 : la p-value associée à la masse volumique, bien que faible (0,021), se distingue de celle associée à la trace.

		TRACE	MASSE VOLUMIQUE
G1 // G2	H0	1	1
	p-value	0,002	0,002
G2 // G3+4	H0	1	1
	p-value	< 0,001	< 0,001
G1 // G3+4	H0	1	0
	p-value	< 0,001	0,021

Tableau II-10 : Test WMW appliqué à la trace et à la masse volumique entre les groupes d'individu d'âges différents avec un seuil de 0,01

Ces remarques permettent de préciser les caractéristiques des différentes populations auxquelles ont été associées les différents groupes de DPM : la hausse des coefficients visible entre les individus de 1 – 3 ans et les individus de 10 – 13 ans ne semble pas corrélée au DPM mais à une simple différence de densité entre ces individus. Cependant la chute des coefficients pour les individus de plus de 50 ans ne peut s'expliquer par une perte de densité : la perte de masse attendue associée à la perte de collagène lors de la diagenèse [37][38][39] n'est pas significativement visible sur nos résultats (toutes les valeurs sont comprises entre 1,7 et 2 g/cm³). Aux vues des paramètres connus sur ces échantillons, seule une dégradation de la structure osseuse [40] [41] ou du collagène [42] associée à la diagenèse semblerait pouvoir expliquer la diminution des coefficients. D'autres études complémentaires seraient nécessaires pour mieux comprendre cette dégradation.

II.4.4 Hypothèse d'homogénéité locale de l'os

Les différents échantillons d'un même individu ont été découpés de manière à ce que leurs emplacements ne diffèrent pas trop : les trois cubes se succèdent selon l'axe des fibres de l'os sur une distance d'environ 1,5 cm. Étant donnée la proximité de leurs emplacements, une hypothèse d'homogénéité locale a été posée : si cette hypothèse est valide, les mesures de coefficients sur chaque échantillon d'un même individu doivent donner des résultats similaires par rapport à la précision de la mesure.

Pour vérifier cette hypothèse, les coefficients de chaque échantillon d'un même individu sont comparés entre eux, leurs erreurs relatives à la valeur moyenne du coefficient correspondant sont présentées dans le Tableau II-11.

		C ₁₁	C ₂₂	C ₃₃	C ₄₄	C ₅₅	C ₆₆	MOYENNE PAR INDIVIDU	MOYENNE PAR GROUPE
G1	Ind 1	4%	4%	2%	1%	3%	1%	3%	2%
	Ind 3	1%	0%	2%	1%	3%	2%	2%	
G2	Ind 1	4%	2%	4%	3%	1%	1%	3%	3%
	Ind 3	5%	5%	3%	3%	2%	3%	4%	
G3	Ind 1	2%	8%	8%	36%	29%	35%	20%	13%
	Ind 2	3%	5%	11%	28%	10%	10%	11%	
	Ind 3	4%	2%	7%	15%	13%	4%	7%	
G4	Ind 1	4%	17%	4%	29%	18%	3%	12%	9%
	Ind 2	3%	2%	5%	16%	8%	6%	7%	
Moyenne		3%	5%	5%	15%	10%	7%		

Tableau II-11 : Erreurs relatives des coefficients entre les échantillons issus d'un même individu

Les deux groupes jeunes G1 et G2 présentent une différence basse entre échantillons (2 % et 3 %) : différence pouvant être imputée à la précision de la mesure et laissant penser à une homogénéité locale de l'os pour des DPM inférieurs à 13 ans au moins. Cette erreur semble évoluer de manière significative avec le DPM : les groupes G3 et G4 ont des erreurs moyennes comprises entre 7 % et 20 % laissant penser que l'os perdrait son homogénéité locale à la suite des altérations subies dans le temps *post mortem* (nous ne pouvons pas vérifier l'hypothèse d'homogénéité locale).

En regardant les erreurs moyennes par coefficient, on remarque que les mesures des trois premiers coefficients sont plus « justes » (au sens métrologique) que les mesures des trois derniers coefficients (passant de 3 – 5 % d'erreur à 7 – 15 %). De manière globale, les erreurs des trois premiers coefficients ne semblent pas évoluer avec le DPM contrairement aux erreurs des trois derniers coefficients, évoluant largement après 50 ans. Si aux vues des paramètres connus sur les échantillons il est difficile de conclure sur cette évolution, plusieurs hypothèses peuvent être suggérées :

- Ce manque de répétabilité de la mesure peut être dû au procédé expérimental : l'inter-corrélation utilisée pour l'estimation de la vitesse peut être biaisée par la dispersion de la forme du signal dans l'os (atténuation, bande passante). Les mesures ultrasonores ont été réalisées de manière à maximiser le signal et assurer un signal exploitable à la réception : ces paramètres liés à l'expérimentateur ne permettent pas une étude plus poussée des signaux reçus.

- Ce manque de répétabilité peut être dû à la structure de l'os : il est possible que la structure poreuse de l'os ne puisse être approchée par un matériau homogène et un modèle élastique (isotrope transverse ou orthotrope) dès lors que le processus de minéralisation est significativement entamé. À ce moment-là il faudrait considérer l'hétérogénéité du matériau.
- Les erreurs moyennes des coefficients montrent de manière discrète que des trois premiers coefficients la mesure de C_{11} est la plus répétable, et pour les trois derniers que la mesure de C_{66} est plus répétable : C_{11} est le coefficient relatif à la mesure dans l'axe de l'épaisseur de l'os, alors que C_{66} est le coefficient relatif au plan normal au sens des fibres de l'os. Ces deux coefficients ont pour point commun leur indépendance vis-à-vis au sens des fibres de l'os (pas de composante en Z) : cette remarque pourrait faire écho aux modifications histologiques présentées dans le chapitre I [40] [41] prévoyant notamment l'apparition de fissures au sein des ostéons. En effet, si les fibres de l'os peuvent être considérées comme le guide des ondes dans l'axe Z, l'apparition de fissures au cours de la diagenèse pourrait augmenter l'hétérogénéité locale de l'os dans le temps *post mortem*.

II.5. Synthèse

Ce chapitre a permis d'étudier localement l'évolution du comportement mécanique de l'os en fonction du DPM. Les résultats principaux de cette étude ont cherché à comparer des échantillons osseux similaires : la porosité globale ainsi que la masse volumique ont été surveillées pour vérifier que ces paramètres n'influencent pas de manière significative les résultats. Le comportement mécanique de l'os a été approché par la mesure des coefficients diagonaux de la matrice de rigidité : ces coefficients permettent d'une part de suivre l'évolution mécanique de l'os au cours de la diagenèse, et d'autre part de comparer ces valeurs aux études réalisées dans le domaine médical.

Les mesures réalisées sur les individus dits « récents » (groupes G1 : 1 – 3 ans et G2 : 10 – 13 ans) ont montré des résultats similaires, d'une part entre eux, et d'autre part aux études du domaine médical sur des individus considérés adultes. Cette conclusion rassure dans un premier temps sur la comparaison des individus entre eux (les résultats obtenus restent dans la gamme de valeurs attendues pour des DPM « courts ») et permet de poser l'hypothèse selon laquelle les modifications structurelles liées à la diagenèse n'altèrent pas significativement le comportement mécanique de l'os pour des DPM au moins inférieur à 13 ans.

Cependant les mesures réalisées sur les individus dits « anciens » (groupes G3 : ~50 ans et G4 : Archéologique) se distinguent de manière significative des valeurs des deux groupes présentés ci-dessus (et donc par extension des valeurs de la littérature). Ces deux groupes ne se distinguent pas entre eux, permettant de poser d'une part l'hypothèse de l'existence d'un état mécanique constant à partir d'un certain DPM et d'autre part l'hypothèse d'une évolution mécanique significative entre 13 et 50 ans. Des études futures pourraient se concentrer sur des gammes de DPM compris entre ces deux délais.

Plusieurs hypothèses ont été questionnées au cours de ce chapitre notamment celle du modèle d'anisotropie et celle d'homogénéité locale. Les résultats sur les individus étudiés ont montré qu'une approximation de l'anisotropie par un modèle isotrope transverse était possible pour tous les individus jugés comparables entre eux, même si l'approximation est de plus en plus forte à mesure que le processus de diagenèse est avancé. Cette remarque pourrait néanmoins permettre le suivi de l'évolution mécanique par un nombre réduit de coefficients (5 coefficients indépendants pour le modèle isotrope transverse contre 9 pour le modèle orthotrope). L'hypothèse d'homogénéité locale de l'os semble convenir aux échantillons issus

du même endroit anatomique d'individus de DPM inférieur à 13 ans. Les modifications histologiques liées à la diagenèse tendent à réfuter cette hypothèse pour les individus de DPM avancé (> 50 ans).

Plusieurs limites ont été posées concernant le passage d'une étude locale de l'os à un diagnostic global : le facteur humain de cette méthode de caractérisation ne semble pas négligeable. D'une part, un site anatomique à porosité élevée peut affecter la mesure ultrasonore. D'autre part, l'évolution de la porosité dans l'épaisseur corticale nécessite une surveillance accrue lors du placement des transducteurs. Le problème majeur d'un facteur humain significatif est de limiter l'usage généralisé de cette méthode : il est nécessaire qu'un expert réalise les mesures pour éviter les erreurs de diagnostic. Enfin, bien que peu coûteuse, la mesure des coefficients diagonaux de la matrice de rigidité demande beaucoup de temps et de minutie : les découpes de l'échantillon osseux sont longues pour assurer une découpe lente et précise et les neuf mesures ultrasonores (trois pour les premiers coefficients et six pour les derniers) ne peuvent être automatisées (sans modifier drastiquement les bancs d'essais utilisés).

L'utilisation des ondes guidées pour la caractérisation osseuse peut prendre sens aux vues des limites énoncées ci-dessus. En effet, ce type d'ondes peuvent apporter davantage de paramètres associés au comportement modal. L'utilisation d'un vibromètre laser permet le suivi de la propagation de ces ondes guidées par une mesure unique ne nécessitant pas la présence et l'action d'un opérateur tout au long de l'étude : cette étude est alors plus rapide et demande moins de moyens humains. La complexité d'une étude par ondes guidées est ailleurs : le traitement de signal nécessaire à l'extraction des paramètres modaux peut se révéler de haut niveau. Cependant, il est possible avec cette méthode de suggérer, dans le cas d'un banc d'essai et d'un conditionnement de l'os maîtrisé (porosité, masse volumique, ...), qu'une automatisation du diagnostic est possible ; le facteur humain étant moins présent. Le chapitre suivant présente une première approche d'un banc d'essai vibrométrique pour l'étude des ondes guidées dans l'os *post mortem* : ce prochain chapitre tentera dans un premier temps de reproduire les observations faites sur l'évolution mécanique *post mortem* de l'os, de présenter les traitements de signaux susceptibles d'extraire certains paramètres modaux d'intérêt et de questionner le conditionnement de l'os nécessaire à la propagation des ondes guidées dans l'os.

Références

- [1] T. Lee, R. S. Lakes, and A. Lal, "Investigation of bovine bone by resonant ultrasound spectroscopy and transmission ultrasound," *Biomech. Model. Mechanobiol.*, vol. 1, no. 2, pp. 165–175, 2002.
- [2] R. B. Ashman, S. C. Cowin, W. C. Van Buskirk, and J. C. Rice, "A continuous wave technique for the measurement of the elastic properties of cortical bone," *J. Biomech.*, vol. 17, no. 5, pp. 349–361, 1984.
- [3] P. Lasaygues and M. Pithioux, "Ultrasonic characterization of orthotropic elastic bovine bones," *Ultrasonics*, vol. 39, no. 8, pp. 567–573, 2002.
- [4] B. K. Hoffmeister, S. R. Smith, S. M. Handley, and J. Y. Rho, "Anisotropy of Young's modulus of human tibial cortical bone," *Med. Biol. Eng. Comput.*, vol. 38, no. 3, pp. 333–338, 2000.
- [5] P. Lasaygues and M. Pithioux, "Ultrasonic characterization of orthotropic elastic bovine bones," *Ultrasonics*, vol. 39, no. 8, pp. 567–573, 2002.
- [6] X. Neil Dong and X. Edward Guo, "The dependence of transversely isotropic elasticity of human femoral cortical bone on porosity," *J. Biomech.*, vol. 37, no. 8, pp. 1281–1287, Aug. 2004.
- [7] M. Pithioux, P. Lasaygues, and P. Chabrand, "An alternative ultrasonic method for measuring the elastic properties of cortical bone," *J. Biomech.*, vol. 35, no. 7, pp. 961–968, 2002.
- [8] G. Haïat, S. Naili, Q. Grimal, M. Talmant, C. Desceliers, and C. Soize, "Influence of a gradient of material properties on ultrasonic wave propagation in cortical bone: Application to axial transmission," *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 125, no. 6, pp. 4043–4052, Jun. 2009.
- [9] D. Royer and E. Dieulesaint, *Ondes élastiques dans les solides - Tome 1 : Propagation libre et guidée*. 2000.
- [10] C. Potel and M. Bruneau, "Acoustique générale: équations différentielles et intégrales, solutions en milieux fluides et solides, applications," p. 349, 2006.

- [11] E. Bossy, M. Talmant, F. Peyrin, L. Akrouf, P. Cloetens, and P. Laugier, "An in vitro study of the ultrasonic axial transmission technique at the radius: 1-MHz velocity measurements are sensitive to both mineralization and intracortical porosity," *J. Bone Miner. Res.*, vol. 19, no. 9, pp. 1548–1556, 2004.
- [12] A. P. Baumann, J. M. Deuerling, D. J. Rudy, G. L. Niebur, and R. K. Roeder, "The relative influence of apatite crystal orientations and intracortical porosity on the elastic anisotropy of human cortical bone," *J. Biomech.*, vol. 45, no. 16, pp. 2743–2749, Nov. 2012.
- [13] E. Lefèvre *et al.*, "Analyzing the anisotropic Hooke's law for children's cortical bone," *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, vol. 49, pp. 370–377, Sep. 2015.
- [14] D. J. Rudy, J. M. Deuerling, A. A. Espinoza Orías, and R. K. Roeder, "Anatomic variation in the elastic inhomogeneity and anisotropy of human femoral cortical bone tissue is consistent across multiple donors," *J. Biomech.*, vol. 44, no. 9, pp. 1817–1820, Jun. 2011.
- [15] K. F. Graff, *Wave motion in elastic solids*. 1991.
- [16] E. Lefevre, "Caractérisation multimodale des propriétés de l'os cortical en croissance," Ecole doctorale Sciences du Mouvement Humain, 2015.
- [17] A. Migliori *et al.*, "Resonant ultrasound spectroscopic techniques for measurement of the elastic moduli of solids," *Phys. B Condens. Matter*, vol. 183, no. 1–2, pp. 1–24, Jan. 1993.
- [18] A. Migliori and J. D. Maynard, "Implementation of a modern resonant ultrasound spectroscopy system for the measurement of the elastic moduli of small solid specimens," *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 76, no. 12, p. 121301, Dec. 2005.
- [19] S. Bernard, Q. Grimal, and P. Laugier, "Accurate measurement of cortical bone elasticity tensor with resonant ultrasound spectroscopy," *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, vol. 18, pp. 12–19, Feb. 2013.
- [20] G. N. Hounsfield, "Computerized transverse axial scanning (tomography): Part 1. Description of system," *Br. J. Radiol.*, vol. 46, no. 552, pp. 1016–1022, Dec. 1973.
- [21] A. M. Cormack, "Representation of a Function by Its Line Integrals, with Some Radiological Applications," *J. Appl. Phys.*, vol. 34, no. 9, pp. 2722–2727, Sep. 1963.
- [22] A. M. Cormack, "Representation of a Function by Its Line Integrals, with Some Radiological Applications. II," *J. Appl. Phys.*, vol. 35, no. 10, pp. 2908–2913, Oct. 1964.
- [23] E. Schena *et al.*, "Emerging clinical applications of computed tomography," *Med.*

- Devices Evid. Res.*, p. 265, Jun. 2015.
- [24] K. Engelke *et al.*, "Clinical Use of Quantitative Computed Tomography and Peripheral Quantitative Computed Tomography in the Management of Osteoporosis in Adults: The 2007 ISCD Official Positions," *J. Clin. Densitom.*, vol. 11, no. 1, pp. 123–162, Jan. 2008.
- [25] A. Ale, V. Ermolayev, E. Herzog, C. Cohrs, M. H. de Angelis, and V. Ntziachristos, "FMT-XCT: in vivo animal studies with hybrid fluorescence molecular tomography–X-ray computed tomography," *Nat. Methods*, vol. 9, no. 6, pp. 615–620, Jun. 2012.
- [26] T. Nicolas and I. Le Goff, "Tomographie en archéologie," *Les Nouv. l'archéologie*, no. 159, pp. 10–12, Jul. 2020.
- [27] A. Doi, T. Kato, and H. Takahashi, "Measurement of density and granularity of archeological artifacts using industrial computed tomography," in *2013 International Joint Conference on Awareness Science and Technology & Ubi-Media Computing (iCAST 2013 & UMEDIA 2013)*, 2013, pp. 334–338.
- [28] E. Maire and P. J. Withers, "Quantitative X-ray tomography," *Int. Mater. Rev.*, vol. 59, no. 1, pp. 1–43, Jan. 2014.
- [29] D. M. L. Cooper, J. R. Matyas, M. A. Katzenberg, and B. Hallgrímsson, "Comparison of Microcomputed Tomographic and Microradiographic Measurements of Cortical Bone Porosity," *Calcif. Tissue Int.*, vol. 74, no. 5, pp. 437–447, May 2004.
- [30] J. M. Hovem, "Underwater acoustics: Propagation, devices and systems," *J. Electroceramics*, vol. 19, no. 4, pp. 339–347, Dec. 2007.
- [31] F. Wilcoxon, "Individual Comparisons by Ranking Methods," *Biometrics Bull.*, vol. 1, no. 6, p. 80, Dec. 1945.
- [32] H. B. Mann and D. R. Whitney, "On a Test of Whether one of Two Random Variables is Stochastically Larger than the Other," *Ann. Math. Stat.*, vol. 18, no. 1, pp. 50–60, Mar. 1947.
- [33] F. Ramsthaler, S. C. Ebach, C. G. Birngruber, and M. A. Verhoff, "Postmortem interval of skeletal remains through the detection of intraosseal hemin traces. A comparison of UV-fluorescence, luminol, Hexagon-OBTI®, and Combur® tests," *Forensic Sci. Int.*, vol. 209, no. 1–3, pp. 59–63, 2011.
- [34] F. Introna, G. Di Vella, and C. P. Campobasso, "Determination of postmortem interval from old skeletal remains by image analysis of luminol test results.," *J. Forensic Sci.*, vol. 44, no. 3, pp. 535–8, 1999.

- [35] M. Granke, Q. Grimal, A. Saïed, P. Nauleau, F. Peyrin, and P. Laugier, "Change in porosity is the major determinant of the variation of cortical bone elasticity at the millimeter scale in aged women," *Bone*, vol. 49, no. 5, pp. 1020–1026, Nov. 2011.
- [36] K. Raum *et al.*, "Bone microstructure and elastic tissue properties are reflected in QUS axial transmission measurements," *Ultrasound Med. Biol.*, vol. 31, no. 9, pp. 1225–1235, 2005.
- [37] N. Rodriguez-Florez *et al.*, "an Investigation of the Mineral in Ductile and brittle cortical mouse bone," vol. 30, no. 5, pp. 786–795, 2015.
- [38] J. J. Lim, "Thermogravimetric analysis of human femur bone," *J. Biol. Phys.*, vol. 3, no. 3, pp. 111–129, 1975.
- [39] L. D. Mkukuma, J. M. S. Skakle, I. R. Gibson, C. T. Imrie, R. M. Aspden, and D. W. L. Hukins, "Effect of the proportion of organic material in bone on thermal decomposition of bone mineral: An investigation of a variety of bones from different species using thermogravimetric analysis coupled to mass spectrometry, high-temperature X-ray diffraction," *Calcif. Tissue Int.*, vol. 75, no. 4, pp. 321–328, 2004.
- [40] A. N. Garland, "Microscopical analysis of fossil bone," *Appl. Geochemistry*, vol. 4, pp. 215–229, 1989.
- [41] C. J. Hackett, "Microscopical Focal Destruction (Tunnels) in Exhumed Human Bones," *Med. Sci. Law*, vol. 21, no. 4, pp. 243–265, Oct. 1981.
- [42] M. J. Collins *et al.*, "The survival of organic matter in bone: A review," *Archaeometry*, vol. 44, no. 3, pp. 383–394, 2002.

Chapitre III Caractérisation de l'os par ondes guidées

Sommaire

INTRODUCTION.....	87
III.1 THEORIE DES ONDES GUIDEES	88
III.1.1 <i>Comportement d'une onde à une interface</i>	88
III.1.2 <i>Propagation d'onde dans une plaque</i>	91
III.1.2.1 Modes non couplés.....	91
III.1.2.2 Les ondes de Lamb.....	92
III.1.3 <i>Onde de Rayleigh</i>	96
III.2 METHODE DE CARACTERISATION DES SIGNATURES ACOUSTIQUES.....	98
III.2.1 <i>Technique expérimentale</i>	98
III.2.1.1 Échantillons étudiés	98
III.2.1.2 Montage expérimental et protocole d'acquisition	101
III.2.2 <i>Techniques d'analyse temporelle et fréquentielle de la propagation</i>	104
III.2.2.1 Étude des phénomènes vibratoires isolés	105
III.2.2.2 Construction des ondes de Lamb.....	111
III.2.2.3 Résumé des traitements des données pour la caractérisation	115
III.2.3 <i>Validation numérique du modèle théorique</i>	117
III.3 RESULTATS : SIGNATURES ACOUSTIQUES DES OS.....	119
III.3.1 <i>Caractérisation expérimentale d'un échantillon bovin</i>	119
III.3.1.1 Étude des phénomènes isolés	120
III.3.1.2 Étude globale	123
III.3.1.3 Synthèse sur l'os bovin.....	125
III.3.2 <i>Étude expérimentale d'un échantillon d'os humain</i>	126
III.3.2.1 Étude des phénomènes isolés	127
III.3.2.2 État transitoire d'ondes guidées	129
III.3.2.3 Synthèse sur l'os humain.....	132
III.3.3 <i>Vers une méthode de datation osseuse par vibromètre laser</i>	133
III.3.3.1 Émission en compression	133
III.3.3.2 Émission en cisaillement.....	136
III.4 DISCUSSION	138
III.4.1 <i>Comparaison des mesures locales et globales sur les os humains</i>	138
III.4.2 <i>Vers un modèle isotrope transverse</i>	139
III.4.2.1 Lien entre l'épaisseur et Δt	140
III.4.2.2 Interprétation du rapport $ H/V $	141
III.4.3 <i>Perspectives liées au banc de mesure</i>	143
III.5 SYNTHESE	144
REFERENCES.....	147

Introduction

Le chapitre II s'est focalisé sur la propagation des ondes longitudinale et transversale au sein de l'os afin d'estimer les coefficients d'élasticité de l'échantillon. Cette mesure en transmission du temps de vol ne tient pas compte des limites géométriques de l'os ; les échantillons sont de petites dimensions afin de limiter les réflexions qui, sur des distances plus importantes, pourraient être confondues avec le premier signal arrivé. Les résultats obtenus sont alors locaux et ne traduisent pas le comportement global de l'os ; des erreurs de mesure liées à cette localisation peuvent apparaître en fonction de la zone d'investigation choisie.

Ce chapitre tend à étudier les signatures ultrasonores de l'os dans sa globalité ; cette démarche prend pour hypothèse qu'une mesure globale pourrait s'affranchir des erreurs liées à la localisation. Pour étudier l'os sur de plus longues distances, la théorie de propagation des ondes dans un matériau "infini" ne suffit plus ; il est nécessaire de tenir compte de la géométrie de l'os.

Les ondes acoustiques ultrasonores guidées par la structure d'un matériau ont été largement étudiées pour des applications de contrôles et de diagnostics : elles permettent d'analyser de grandes surfaces et ce, sans interagir directement avec les points d'intérêt. Leurs applications sont nombreuses : dans le domaine sismique – milieu où la couche terrestre fait office de guide d'onde [1] – ou dans des domaines industriels de pointe, comme l'aéronautique par exemple où les diagnostics doivent se faire sans démonter les pièces à contrôler [2].

Plusieurs modèles théoriques peuvent être utilisés pour étudier la propagation de ces ondes guidées : ces modèles décrits dans la littérature [3] [4] [5] permettent d'approcher de nombreuses structures en fonction de leur géométrie et de leur composition. De manière générale, les ondes guidées se définissent par déplacements vibratoires pouvant se propager dans la structure et sont caractérisées par des couples de nombre d'onde et de fréquence pouvant être représentés dans un plan de fréquence et nombre d'onde en courbes de dispersion, réparties en modes. L'étude peut alors être faite en analysant un ensemble de modes ou des points particuliers de ces modes [6].

Une première étude d'ondes guidées a été réalisée sur une plaque d'aluminium pour développer sur un cas simple les traitements signaux nécessaires à l'identification des ondes se propageant dans la plaque, que ces ondes soient couplées ou non, formant en partie des modes de Lamb. Cette étude sera comparée à la théorie des ondes de Lamb en milieu isotrope et à une

simulation numérique avant d'appliquer ces traitements aux résultats obtenus sur échantillons osseux. Dans un premier temps, l'étude osseuse est réalisée sur une plaque d'os bovin : ce type d'échantillon, plus volumineux que l'os humain, permet une première approche de l'os sans être limité par les dimensions. Enfin les échantillons d'os humain seront présentés en vue de proposer des pistes futures en vue d'une méthode de datation osseuse ultrasonore.

III.1 Théorie des ondes guidées

III.1.1 Comportement d'une onde à une interface

Comme il a été présenté dans le chapitre II, les ondes ultrasonores se propageant dans un matériau peuvent avoir un mouvement de polarisation normale (pour l'onde longitudinale) ou tangentielle (pour l'onde transversale). La modélisation de la propagation d'une onde (non amortie dans un premier temps) impose un potentiel scalaire Φ et un potentiel vecteur $\vec{\Psi}$, vérifiant l'équation de propagation caractéristique, à savoir :

$$\begin{cases} \Delta\Phi - \frac{1}{v_L^2} \partial_t^2 \Phi = 0 \\ \Delta\vec{\Psi} - \frac{1}{v_T^2} \partial_t^2 \vec{\Psi} = \vec{0} \end{cases} \quad (III-1)$$

où V_L et V_T sont respectivement les vitesses de propagation des ondes longitudinale et transversale, ∂_t^2 symbolise la dérivée seconde de la grandeur par rapport au temps t et Δ symbolise le Laplacien de la grandeur, c'est-à-dire la somme des dérivées secondes spatiales de la grandeur dans les trois directions de l'espace.

Si ces équations permettent la modélisation de la propagation d'onde dans un milieu infini, il est nécessaire d'introduire des dimensions spatiales lorsque le milieu est semi-infini. Un milieu semi-infini peut être défini en 2D par deux axes : l'un infini selon lequel l'onde se propage et l'autre borné où s'appliquent les limites du milieu. Il est commun dans les ouvrages traitant de la théorie des ondes guidées de poser X l'axe infini et Z l'axe fini. Cependant, afin de garder une cohérence entre le chapitre II et le chapitre III, l'axe infini sera Z et l'axe fini sera X (Figure III-1) ; ce changement de repère permettra par la suite de voir l'os comme une plaque en gardant comme pour le chapitre II l'axe Z dans le sens des fibres.

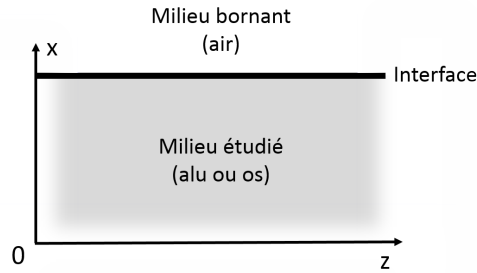


Figure III-1 : Définition des axes d'études par rapport à l'interface du matériau étudié

En se plaçant dans le cas d'un régime vibratoire permanent de pulsation ω , on peut introduire les formes harmoniques du potentiel scalaire Φ et du potentiel vecteur $\vec{\Psi}$, solutions des équations de propagation précédentes selon X, Z et t , par les expressions suivantes :

$$\begin{cases} \Phi(x, z, t) = Ae^{i(\omega t - k_z z - k_{xL} x)} \\ \vec{\Psi}(x, z, t) = \vec{B}e^{i(\omega t - k_z z - k_{xT} x)} \end{cases} \quad (III-2)$$

dans lesquelles A et B sont les amplitudes des potentiels, k_z la projection de tous les nombres d'onde sur Z , k_{xL} et k_{xT} sont respectivement la projection des nombres d'onde longitudinale et transversale sur X définies par :

$$\begin{cases} k_{xL}^2 = \frac{\omega^2}{v_L^2} - k_z^2 \\ k_{xT}^2 = \frac{\omega^2}{v_T^2} - k_z^2 \end{cases} \quad (III-3)$$

Notons que les rapports $\frac{\omega}{v_L}$ et $\frac{\omega}{v_T}$ peuvent ainsi être considérés comme les nombres d'onde réels des ondes longitudinale et transversale k_L et k_T .

Lorsqu'une onde arrive à une interface séparant la structure étudiée et le milieu dit bornant, elle arrête de se propager à cause des conditions aux limites imposant des contraintes normale (T_{11} ou T_1 dans la notation d'Einstein introduite dans le chapitre II) et tangentielle (T_{13} ou T_5 dans la notation d'Einstein) nulles (Figure III-2). L'onde transmise au milieu bornant la structure ne sera pas expliquée ici car l'air est le milieu bornant lors de nos mesures dans lequel les ondes ultrasonores s'atténuent rapidement et peut être confondu en première approche avec le vide : l'énergie transmise peut alors être considérée négligeable.

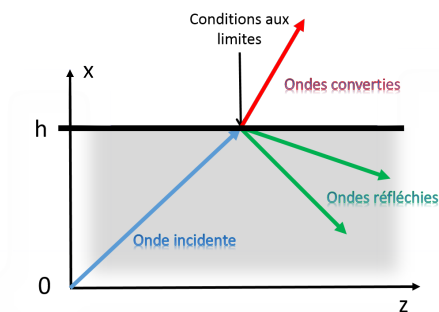


Figure III-2 : Schéma des ondes générées à l'interface par une onde incidente

Par réflexion à l'interface, l'énergie de l'onde incidente va donner naissance à une onde longitudinale et une onde transversale et ce peu importe le type de l'onde incidente. Ces trois ondes (incidente, réfléchie longitudinale et réfléchie transversale) ont des lenteurs – l'inverse des vitesses – proportionnelles au sinus de leurs angles de propagation tel que défini par la loi de Snell-Descartes :

$$\frac{\sin(\theta_I)}{V_I} = \frac{\sin(\theta_T)}{V_T} = \frac{\sin(\theta_L)}{V_L} \quad (III-4)$$

où V_I et θ_I sont la vitesse, l'angle d'incidence de l'onde incidente, V_T et θ_T sont la vitesse de l'onde transversale et son angle de réémission, V_L et θ_L sont la vitesse de l'onde longitudinale et son angle de réémission.

L'onde longitudinale ayant une vitesse plus élevée que l'onde transversale, deux cas peuvent exister (Figure III-3) :

- Si l'onde incidente est une onde longitudinale, les deux types d'ondes seront générés peu importe l'angle d'incidence.
- Si l'onde incidente est transversale, il existe un angle appelé angle critique θ_C pour lequel $\sin(\theta_C) = \frac{V_T}{V_L}$. Cet angle critique impose une génération rasante à l'interface de l'onde longitudinale. Passé cet angle critique, l'onde longitudinale sera évanescente.

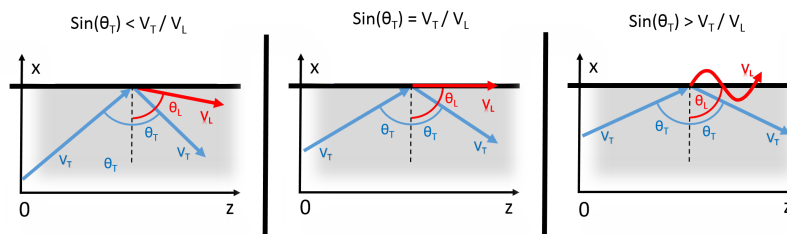


Figure III-3 : Ondes réfléchies par l'interface en fonction de l'angle d'incidence de l'onde transversale

Ce phénomène de réflexion se reproduit à chaque interface donnant lieu à différents types d'ondes guidées en fonction de la géométrie du matériau. Le cas le plus simple qui sera considéré et expliqué par la suite est celui d'une plaque, ou les deux interfaces sont parallèles.

III.1.2 Propagation d'onde dans une plaque

III.1.2.1 Modes non couplés

Comme expliqué ci-dessus, les conditions aux limites s'appliquent lorsqu'une onde rencontre une interface (annulation des contraintes normale et tangentielle). Dans le cas d'une plaque semi infinie d'épaisseur $2h$, deux interfaces entrent en jeu : l'onde va alors se propager, guidée par les deux interfaces, dans la direction infinie de la plaque (Figure III-4).

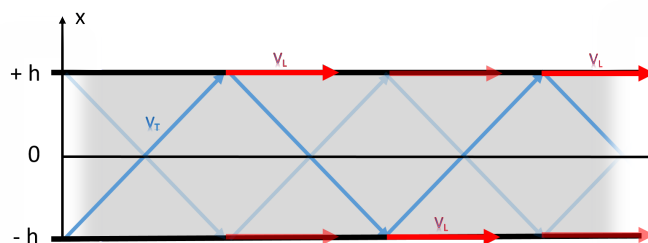


Figure III-4 : Propagation d'ondes dans une plaque

L'équation (III-3) introduisant la notion de longueur d'onde projetée sur l'axe borné X du milieu peut alors être réécrite en tenant compte des deux interfaces : le nombre d'onde projeté sur l'axe borné doit être entier, impliquant une longueur d'onde proportionnelle à l'épaisseur de la plaque. Les vitesses des ondes transversale et longitudinale peuvent alors être définies comme suit [7] :

$$\begin{cases} V_L = \frac{\omega}{k_L} = \frac{\omega}{\sqrt{k_{xL}^2 + k_z^2}} = \frac{\omega}{\sqrt{\left(\frac{\pi m}{2h}\right)^2 + k_z^2}} \\ V_T = \frac{\omega}{k_T} = \frac{\omega}{\sqrt{k_{xT}^2 + k_z^2}} = \frac{\omega}{\sqrt{\left(\frac{\pi n}{2h}\right)^2 + k_z^2}} \end{cases} \quad (III-5)$$

Cette équation introduit des coefficients m et n correspondant au nombre de longueur d'onde dans l'épaisseur de la plaque : si ces coefficients sont entiers, l'onde correspondante pourra se propager. On peut alors introduire un comportement modal d'ordre m et n pour les ondes longitudinale et transversale : ces ondes guidées sont dites « non couplées » et sont notées L_m et T_n . Les équations de leurs courbes de dispersion à l'interface (Figure III-5) dans le plan kf (représentation fréquence/nombre d'onde) peuvent alors s'écrire [7] :

$$\begin{cases} \omega_L^m = V_L \sqrt{k_z^2 + \left(\frac{\pi m}{2h}\right)^2} \\ \omega_T^n = V_T \sqrt{k_z^2 + \left(\frac{\pi n}{2h}\right)^2} \end{cases} \quad (III-6)$$

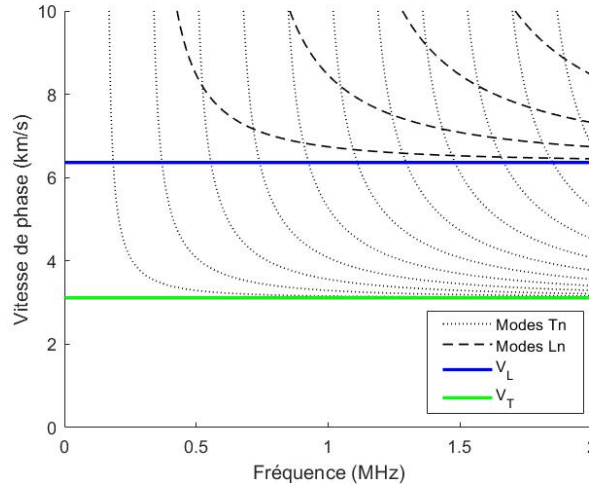


Figure III-5 : Courbes de dispersion des modes L_n et T_n non couplés ($V_L = 6340$ m/s, $V_T = 3150$ m/s et $2h = 9,65$ mm)

Remarquons que les modes purs (m et n nuls) ne tiennent pas compte de l'épaisseur de la plaque, ces modes se propageant uniquement selon Z , l'axe infini de la plaque. Les modes non nuls ont quant à eux une fréquence limite en dessous de laquelle ces modes ne se propagent pas. Cette fréquence limite est appelée fréquence de coupure et sa valeur est donnée par la formule :

$$\begin{cases} f_c^{L_m} = V_L \times \frac{m}{4h} \\ f_c^{T_n} = V_T \times \frac{n}{4h} \end{cases} \quad (III-7)$$

III.1.2.2 Les ondes de Lamb

Les ondes de Lamb mises en lumière par Horace Lamb [8] proviennent du couplage des modes L_m et T_n se propageant dans une plaque : ce couplage peut notamment s'observer par l'apparition de phénomènes récurrents dans le temps et dans le plan kf . Ces phénomènes, nécessaires à la construction des ondes de Lamb, peuvent être associés au régime transitoire des ondes de Lamb et seront décrits dans la partie suivante en utilisant les notions théoriques vues ci-dessus à savoir la réflexion d'une onde à une interface et les modes T_n et L_m non couplés. Par la suite, les ondes de Lamb en régime permanent seront présentées afin d'introduire leurs courbes de dispersion.

a) En régime transitoire

L'onde transversale peut, avec un angle d'incidence critique, générer à l'interface une onde longitudinale rasante ($m = 0$) : l'onde transversale réémise par la même occasion conservera l'angle d'incidence critique et de ce fait les conditions requises pour une nouvelle émission longitudinale rasante à la prochaine interface de la plaque. Temporellement, ce phénomène appelé *split off* [9] se répète à un intervalle Δt , défini théoriquement par Grève [10] comme la différence entre le temps que met l'onde transversale à traverser la plaque en incidence critique et le temps que met l'onde longitudinale pure à parcourir à la surface l'espace séparant deux réflexions de l'onde transversale à l'interface :

$$\Delta t_{th} = \frac{2h}{V_T \cos(\theta_C)} - \frac{2h \tan(\theta_C)}{V_L} \quad (III-8)$$

Dans le domaine fréquentiel, ces réémissions longitudinales donnent lieu, par couplage avec les modes transversaux dans la plaque, à des points de polarisations particulières [3] [4] [7] : l'annulation de la composante normale ou tangentielle du mouvement. Ces points particuliers se trouvent au croisement des modes longitudinaux et transversaux non couplés (Figure III-5).

Pour trouver les points de croisement de ces modes non couplés – et donc les points de polarisation particulière – il suffit alors de trouver les valeurs k_z des équations (III-6) pour lesquelles on a l'égalité $\omega_L^m = \omega_T^n$. Cette égalité amène à l'équation suivante :

$$k_z^2 = \left(\frac{\pi}{2h}\right)^2 \frac{n^2 - (m e)^2}{e^2 - 1} \quad (III-9)$$

avec $e = V_L / V_T$. Les points de croisement les plus simples à observer se situent sur le mode longitudinal pur ($m = 0$) et sont espacés en fréquence par un Δf calculé par l'équation de Rose [11] :

$$\Delta f = \frac{V_L}{2h\sqrt{e^2 - 1}} \quad (III-10)$$

b) En régime permanent

L'étude des modes de plaque non couplés a été jusque-là réalisée en séparant les mouvements transversaux des mouvements longitudinaux (séparation du potentiel scalaire et de potentiel vectoriel) et en considérant un espace en 2D. Le développement théorique des ondes de Lamb en régime permanent peut encore se faire en 2D, selon le plan (OXZ) : les mouvements en Y, associés à l'onde transversale horizontale sont découplés des ondes de Lamb.

Les deux potentiels, dont les formes non atténuées sont présentées dans l'équation (III-2), peuvent être réécrits dans le cas d'une plaque afin de séparer l'axe spatial non borné Z et la dépendance temporelle t de l'axe X limité et dont certaines valeurs liées à l'épaisseur de la plaque peuvent être connues :

$$\begin{cases} \Phi(x, z, t) = A e^{-ik_{xL}x} e^{i(\omega t - k_z z)} \\ \vec{\Psi}(x, z, t) = \vec{B} e^{-ik_{xT}x} e^{i(\omega t - k_z z)} \end{cases} \quad (III-11)$$

Bien que dissocié pour l'étude des modes non couplés, le déplacement vibratoire \vec{u} est fonction des deux potentiels Φ et $\vec{\Psi}$ [12] par la relation :

$$\vec{u} = \overrightarrow{\text{grad}} \Phi + \overrightarrow{\text{rot}} \vec{\Psi} \quad (III-12)$$

Les composantes spatiales du déplacement vibratoire 3D peuvent donc être exprimées comme suit :

$$\begin{cases} u_1 = \partial_1 \Phi + \partial_3 \Psi_2 - \partial_2 \Psi_3 \\ u_2 = \partial_2 \Phi + \partial_1 \Psi_3 - \partial_3 \Psi_1 \\ u_3 = \partial_3 \Phi + \partial_2 \Psi_1 - \partial_1 \Psi_2 \end{cases} \quad (III-13)$$

où les indices 1, 2 et 3 sont attachés respectivement aux directions Z , Y et X .

La forme choisie pour exprimer les potentiels scalaire et vecteur implique que les dérivées spatiales en X et Y , ainsi que la dérivée temporelle, peuvent s'écrire de la manière suivante :

$$\begin{cases} \partial_3 = -ik_z \\ \partial_2 = 0 \\ \partial_t = i\omega \end{cases} \quad (III-14)$$

On retrouve une dérivée en Y égale à zéro permettant de ramener les expressions des déplacements (III-12) en fonction des potentiels scalaire et vecteur dans un espace 2D :

$$\begin{cases} u_1 = \partial_1 \Phi - ik_z \Psi_2 \\ u_3 = -ik_z \Phi + \partial_1 \Psi_2 \end{cases} \quad (III-15)$$

Dans les hypothèses de plaque infinie en Z , et en insérant les expressions (III-11) dans les équations de propagation (III-15), on peut écrire ces dernières en fonction de $A(x)$ et $B(x)$ comme :

$$\begin{cases} \partial_1^2 A(x) + k_{xL}^2 A(x) = 0 \\ \partial_1^2 B(x) + k_{xT}^2 B(x) = 0 \end{cases} \quad (III-16)$$

Ce système est vérifié seulement si $A(x)$ et $B(x)$ sont des fonctions de type sinusoïdales, qu'elles soient paires comme dans le cas du cosinus ou impair dans le cas du sinus. Les deux fonctions sont alors associées à un facteur α qui peut prendre les valeurs 0 ou $\pi/2$ pour choisir la parité des deux fonctions. A et B prennent ainsi la forme suivante :

$$\begin{cases} A(x) = H \cos(k_{xL}x + \alpha) \\ B(x) = V \sin(k_{xT}x + \alpha) \end{cases} \quad (III-17)$$

où H et V sont respectivement les amplitudes horizontales et verticales maximales.

Ces fonctions prennent des valeurs singulières lorsqu'elles sont exprimées aux surfaces de la plaque, c'est à dire pour $x = \pm h$ (h étant la demi-épaisseur de la plaque). Le facteur α permet de prendre en compte deux cas :

- soit le nombre de nœuds selon Z est pair : $B(x = \pm h) = 0$ et $A(x = \pm h) = H$,
- soit le nombre de nœud selon Z est impair : $B(x = \pm h) = V$ et $A(x = \pm h) = 0$,

À partir des équations ci-dessus, il est possible de remonter à l'équation de dispersion de l'onde de Lamb. Cette dernière permet de trouver les couples fréquences/nombre d'ondes pour lesquelles une onde peut se propager dans la plaque et fait intervenir les conditions limites appliquées aux surfaces libres de la plaque :

$$T_1(x = \pm h) = T_5(x = \pm h) = 0 \quad (III-18)$$

En développant l'expression des contraintes énoncées dans le chapitre II (II-3) :

$$\begin{cases} T_1 = c_{33}(\partial_1 u_1 + \partial_3 u_3) - 2 c_{66} \partial_1 u_1 \\ T_5 = c_{66}(\partial_3 u_1 + \partial_1 u_3) \end{cases} \quad (III-19)$$

En insérant (III-14) dans (III-18), on peut alors poser :

$$\begin{cases} T_1 = c_{66}[(k_z^2 - k_{xT}^2)\Phi + 2ik_z \partial_1 \Psi] \\ T_5 = c_{66}[(k_z^2 - k_{xT}^2)\Psi - 2ik_z \partial_1 \Phi] \end{cases} \quad (III-20)$$

Et en remplaçant les potentiels par leurs expressions sinusoïdales (III-17) on a alors un système de 2 équations :

$$\begin{cases} T_1 = c_{66} * e^{i(\omega t - k_z z)} [(k_z^2 - k_{xT}^2) H * \cos(k_{xL}x + \alpha) + 2ik_z k_{xT} * V * \cos(k_{xT}x + \alpha)] \\ T_5 = c_{66} * e^{i(\omega t - k_z z)} [2ik_z k_{xL} * H * \sin(k_{xL}x + \alpha) + (k_z^2 - k_{xT}^2) V * \sin(k_{xT}x + \alpha)] \end{cases} \quad (III-21)$$

Une fois les conditions aux limites appliquées (III-12), ce système devient :

$$\begin{pmatrix} H \\ V \end{pmatrix} \begin{bmatrix} (k_z^2 - k_{xT}^2) \cos(k_{xL}h + \alpha) & 2ik_z k_{xT} \cos(k_{xT}h + \alpha) \\ 2ik_z k_{xL} \sin(k_{xL}h + \alpha) & (k_z^2 - k_{xT}^2) \sin(k_{xT}h + \alpha) \end{bmatrix} = 0 \quad (III-22)$$

Puisque les amplitudes H et V ne peuvent pas être nulles pour ne pas avoir de solutions triviales, il est nécessaire de calculer les racines du déterminant de la matrice afin de trouver les valeurs de k_z possibles :

$$(k_z^2 - k_{xT}^2)^2 \cos(k_{xL}h + \alpha) \sin(k_{xT}h + \alpha) + 4k_z^2 k_{xT} k_{xL} \cos(k_{xT}h + \alpha) \cos(k_{xL}h + \alpha) = 0 \quad (III-23)$$

Cette équation, fonction de k_z et de ω qui intervient dans le calcul de k_{xL} et k_{xT} , permet de trouver les couples de nombre d'onde et de fréquence pouvant se propager dans une plaque. Ces couples se répartissent en modes, symétriques (S_n) ou asymétriques (A_n), en fonction du nombre de nœuds dans l'épaisseur de la plaque, et sont représentés en fonction de la fréquence par les courbes de dispersion (Figure III-6).

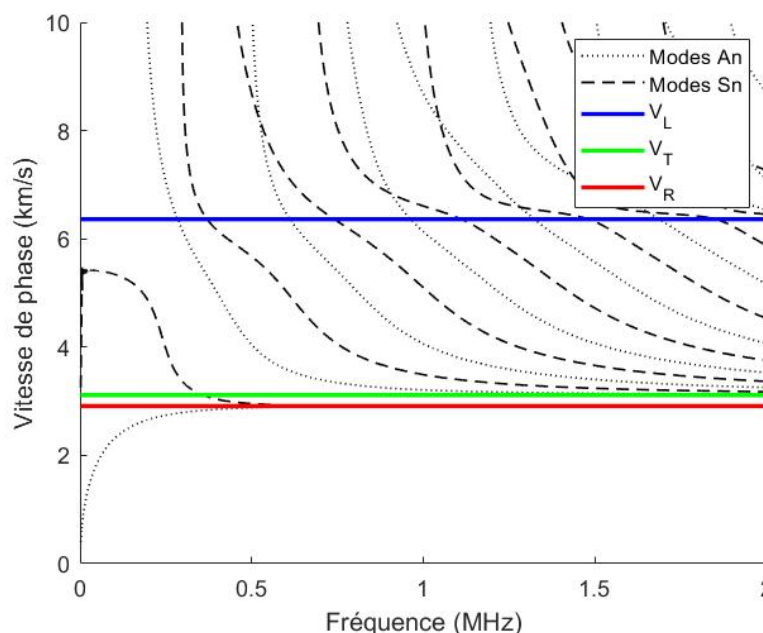


Figure III-6 : Courbes de dispersion des ondes de Lamb en vitesse de phase – fréquence ($V_L = 6340$ m/s, $V_T = 3150$ m/s et $2h = 9,65$ mm)

III.1.3 Onde de Rayleigh

L'équation des ondes de Lamb (III-22) fait intervenir k_{xL} et k_{xT} comme étant la projection des nombres d'onde longitudinale et transversale selon l'axe X. Or, il existe un type d'onde se propageant à la surface et ayant donc un nombre d'onde uniquement selon Z. Cette onde, découverte par Lord Rayleigh, a pour propriété d'être non dispersive et a un mouvement elliptique rétrograde dans le plan OXZ [13][14]. Ce mouvement elliptique peut être décrit par le rapport entre les dimensions H et V de la trajectoire elliptique, respectivement du Petit Axe (donné par l'amplitude H du déplacement suivant Z) et du Grand Axe (donné par l'amplitude V du déplacement suivant X) [15].

Il est possible de réécrire les équations des contraintes aux conditions limites (III-22) en fonction des vitesses des ondes :

$$\left\{ \begin{array}{l} k_z = \frac{\omega}{V_R} \\ k_{xL} = \sqrt{k_L^2 - k_z^2} = \sqrt{\frac{\omega^2}{V_L^2} - \frac{\omega^2}{V_R^2}} \\ k_{xT} = \sqrt{k_T^2 - k_z^2} = \sqrt{\frac{\omega^2}{V_T^2} - \frac{\omega^2}{V_R^2}} \end{array} \right. \quad (III-24)$$

L'équation (III-22) peut alors être écrite, en tenant compte de (III-24) et de l'annulation des nombres d'ondes k_{xT} et k_{xL} .

$$\left\{ \begin{array}{l} H * \left(2 \frac{\omega^2}{V_R^2} - \frac{\omega^2}{V_T^2} \right) + V * 2i \frac{\omega}{V_R} \sqrt{\frac{\omega^2}{V_T^2} - \frac{\omega^2}{V_R^2}} = 0 \\ H * 2i \frac{\omega}{V_R} \sqrt{\frac{\omega^2}{V_L^2} - \frac{\omega^2}{V_R^2}} + V * \left(2 \frac{\omega^2}{V_R^2} - \frac{\omega^2}{V_T^2} \right) = 0 \end{array} \right. \quad (III-25)$$

Ces deux égalités faisant intervenir H et V, il est alors possible de poser deux estimations d'H/V ; à noter que de ces équations complexes sera retenu seulement le module [15] :

$$\left\{ \begin{array}{l} \left| \frac{H}{V} \right|_{th1} = \frac{2 \sqrt{1 - \frac{V_R^2}{V_T^2}}}{2 - \frac{V_R^2}{V_T^2}} \\ \left| \frac{H}{V} \right|_{th2} = \frac{1 - \frac{V_R^2}{2V_T^2}}{\sqrt{1 - \frac{V_R^2}{V_L^2}}} \end{array} \right. \quad (III-26)$$

III.2 Méthode de caractérisation des signatures acoustiques

III.2.1 Technique expérimentale

III.2.1.1 Échantillons étudiés

L'étude ultrasonore de l'os humain par ondes guidées est limitée par la dimension des échantillons, que ce soit en longueur, en largeur ou en épaisseur : une longueur courte limitera l'étude des modes de Lamb à leurs régimes transitoires, une faible largeur peut entraîner des effets de bord, enfin une épaisseur faible resserrera temporellement les différentes réémissions longitudinales limitant leurs études séparées.

Pour valider la méthode expérimentale, le choix a été fait de travailler par étape en complexifiant le matériau d'étude. Ainsi, plusieurs matériaux ont été étudiés et différents conditionnements ont été réalisés pour montrer l'intérêt des traitements de données développés dans ce travail :

- le premier matériau étudié est une plaque d'aluminium dont les dimensions permettent l'hypothèse d'une plaque semi infinie et les caractéristiques mécaniques, celles d'un matériau isotrope. Les résultats de cette étude préliminaire sont présentés pour illustrer les méthodes de traitement des données. Ces résultats sont comparés au modèle présenté ci-dessus permettant de valider la démarche.
- le deuxième matériau étudié est une plaque d'os bovin permettant de se rapprocher des caractéristiques mécaniques de l'os humain en gardant des dimensions en longueur et en largeur suffisantes pour l'hypothèse d'une plaque semi infinie.
- enfin, le jeu d'échantillons humain étudié dans le chapitre II a été conditionné en plaques. Sur tous les individus, seul huit échantillons ont permis une mesure vibrométrique.

a) Plaque d'aluminium

Contrairement à l'os, l'aluminium est un matériau dont les propriétés mécaniques sont connues et surveillées : c'est un matériau isotrope et homogène. Les résultats de l'étude ultrasonore par ondes guidées pourront alors être comparés à la littérature [17], mais aussi au modèle théorique des ondes de Lamb présenté plus haut. Autre que ces propriétés, l'aluminium est un matériau réfléchissant permettant une bonne réception notamment pour le vibromètre 3D utilisé.

Les dimensions de la plaque d'aluminium choisie (9,65 x 142,2 x 94,9 mm) permettent de se placer dans l'hypothèse d'une plaque semi infinie en largeur. L'épaisseur de la plaque est suffisamment importante pour que les modes S_0 et A_0 convergent vers l'onde de Rayleigh : le choix a été fait de générer les ondes par un transducteur de contact de fréquence centrale de 1MHz. Les mesures ont été réalisées sur une ligne de 80 mm.

b) Plaque d'os bovin

Pour se rapprocher des propriétés mécaniques de l'os humain sans être limité par les dimensions de l'échantillon, une plaque d'os bovin a été usinée. Cependant le parallélisme des faces opposées de la plaque n'est pas parfaitement maîtrisé : la plaque a été usinée à la ponceuse laissant l'œil seul juge du parallélisme (au cours de la propagation selon Z, l'épaisseur varie entre 4,75 et 5,18 mm, et selon Y entre 4,21 et 5,23 mm). Ce choix de conditionnement a été fait pour permettre des mesures rapides au vibromètre 3D sans l'usage d'outil de découpe précis, dont l'accès a été limité à une courte période de la thèse pour cause de contexte COVID. Bien que la plaque ne soit pas parfaite, l'état de surface est contrôlé pour favoriser la réflexion des lasers vibrométriques sur l'échantillon et ainsi augmenter le rapport signal/bruit.

Les dimensions de la plaque (5,5 x 80 x 40 mm) permettent de se placer dans l'hypothèse d'une plaque semi infinie en largeur. Les mesures ont été réalisées sur une ligne de 40 mm.

c) Plaques d'os humain

Les plaques d'os humain proviennent des mêmes groupes individus étudiés dans le chapitre II : le groupe G1 trois échantillons de 1 – 3 ans, le groupe G2 trois échantillons de 10 – 13 ans, le groupe G3 trois échantillons de 50 ans et le groupe G4 deux échantillons archéologiques. Ces échantillons ont été découpés à la scie circulaire diamantée utilisée pour la découpe des cubes dans le chapitre II. La scie permet une découpe à vitesse lente afin d'assurer le parallélisme des faces opposées de la plaque. Cependant cette scie n'est pas appropriée à la découpe d'échantillons « volumineux » : les dimensions de la scie limitent la longueur des échantillons à 5 cm et la largeur à 2 cm. L'hypothèse de plaque semi infinie n'est donc plus assurée. Le choix des coupes a cherché à maximiser l'épaisseur des échantillons, cependant certains échantillons avant découpe avaient des épaisseurs corticales faibles : l'épaisseur des échantillons est comprise en 2,75 et 6 mm.

De part ces remarques, on comprend que seuls certains échantillons humains conditionnés en plaque ont permis une mesure exploitable au vibromètre 3D : le Tableau III-1 répertorie les différents individus en notre possession en fonction des groupes auxquels ils étaient associés

dans le chapitre II avec en rouge les échantillons n'ayant pas permis une étude au vibromètre 3D.

	IND 1	IND 2	IND 3
GROUPE 1 (G1)	1 an	3 ans	3 ans
GROUPE 2 (G2)	10 ans	11 ans	13 ans
GROUPE 3 (G3)	~50 ans	~50 ans	~50 ans
GROUPE 4 (G4)	500 ans	2500 ans	

Tableau III-1 : DPM des individus confiés par l'IRCGN répartis dans des groupes de classe d'âge (en rouge les échantillons non étudiés au vibromètre 3D)

Afin d'améliorer le retour lumineux du vibromètre 3D, un scotch réfléchissant est placé sur la surface des échantillons une fois conditionnés en plaque (Figure III-7). Ce scotch réfléchissant, s'il permet un meilleur rapport signal/bruit global lors de la mesure, peut perturber l'étude de la polarisation de mouvement.

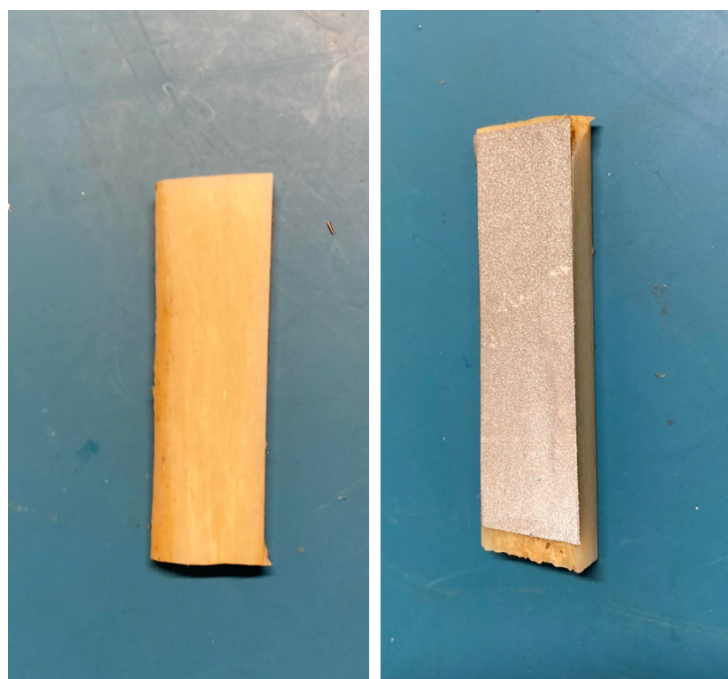


Figure III-7: Conditionnement en plaque des os humains, à gauche sans scotch réfléchissant, à droite avec le scotch réfléchissant

III.2.1.2 Montage expérimental et protocole d'acquisition

a) Générateur d'ultrasons

Pour réaliser la mise en vibration ultrasonore de l'échantillon, un générateur d'impulsions Sofranel DPR 300 est utilisé pour exciter électriquement un transducteur ultrasonore. Le transducteur en compression est en contact avec le matériau. Ce transducteur a une surface circulaire de 13 mm et est positionné sur la tranche de la plaque étudiée. Il est maintenu en contact par un support permettant de serrer l'échantillon au transducteur tout en assurant l'angle de la surface de la plaque à analyser.

Pour les mesures, le générateur a été paramétré de la manière suivante :

- Trigger : interne,
- Voltage : 400 Volt,
- Energy control : low,
- Damping : 44 Ohms,
- Pulse Impedance : High.

b) Détection des ondes par vibrométrie laser 3D

Les mesures des vibrations tridimensionnelles ont été réalisées par un vibromètre laser 3D (PSV-500-3D, Polytec). Cette instrumentation permet un suivi tridimensionnel du mouvement à la surface d'un matériau dans le temps et dans l'espace [18]. Ce suivi permet une étude des ondes guidées [19], par l'identification des déplacements normaux à la surface, et de la compléter par la mesure des composantes « dans le plan » [20].

Ce vibromètre laser 3D est composé de trois têtes vibrométriques (PSV-500) positionnées sur un trépied (PSV-A-T34) : ce dernier est particulièrement adapté pour des mesures proches sur de petites surfaces (Figure III-8). Cette disposition permet de maîtriser la position de chaque tête et l'angle entre elles afin de projeter – à partir des données mesurées par chacune des têtes optiques – la polarisation tridimensionnelle du mouvement pour le point scanné, au moyen du logiciel d'acquisition Polytec PSV Software.

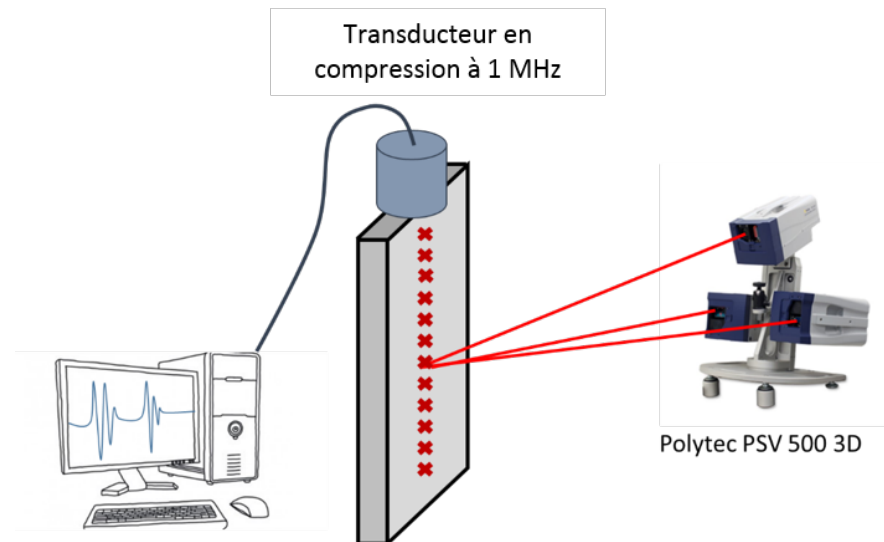


Figure III-8 : Schéma du banc d'essai avec le vibromètre laser PSV 3D de Polytec (Image du site Polytec)

Le positionnement de la plaque devant le vibromètre 3D est une étape cruciale dont dépend la validité de la mesure. En effet avant d'effectuer la mesure, plusieurs réglages sont nécessaires pour définir le repère XYZ : dans notre cas, la surface de la plaque correspond au plan YZ, Z étant l'axe de propagation de l'onde.

La première étape consiste en un alignement 2D à la surface. Plusieurs points de scan sont définis séparément pour chaque tête vibrométrique, permettant ainsi de régler la focale des lasers sur la surface de la plaque.

La deuxième étape est un alignement 3D des lasers. Cette étape permet de définir les différents axes du repère : cet alignement peut être réalisé sur la plaque directement en définissant une origine, un point sur l'axe Z et d'autres points sur le plan YZ. Le système instrumental va alors calculer les différences de positions entre les têtes pour focaliser les trois lasers en un même point.

Enfin, les alignements 2D et 3D étant validés, le maillage de la surface à scanner peut être réalisé. Dans notre cas, il s'agit d'un rectangle sur le plan YZ de la plaque centrée autour de la position du transducteur ultrasonore sur l'un des côtés courts. Un décalage, introduit entre le transducteur et le début du maillage, est nécessaire pour éviter que les lasers ne se reflètent sur le bord du transducteur. Les différents points de scan sont alors vérifiés afin d'assurer le bon retour lumineux des lasers, pour chacune des trois têtes optiques, à la surface du matériau (Figure III-9).

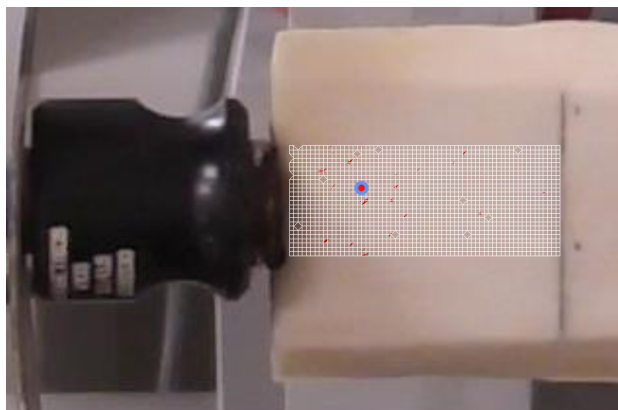


Figure III-9 : Maillage du vibromètre laser 3D pour la mesure sur la plaque bovine

L'acquisition temporelle est réalisée pour chaque point spatial à une fréquence d'échantillonnage de 30 MHz avec 2500 points de mesure pour une durée d'acquisition de $83 \mu\text{s}$: la zone temporelle d'intérêt est plus courte ($\sim 30 \mu\text{s}$) permettant de visualiser la propagation des ondes avant réflexion en bout de plaque (Figure III-10). Cette fréquence d'échantillonnage est choisie pour permettre une bonne résolution à la fois temporelle et fréquentielle : la gamme fréquentielle étudiée étant 0 – 2 MHz, la fréquence d'échantillonnage respecte les conditions de Nyquist-Shannon. Une moyenne de 1000 acquisitions est réalisée pour augmenter le rapport signal/bruit.

Une cartographie de la surface est réalisée en scannant un maillage rectangulaire, le pas spatial entre deux points de mesure étant de 0,55 mm dans les deux directions Z et Y. La longueur totale en Z est de ~ 90 mm (Figure III-10).

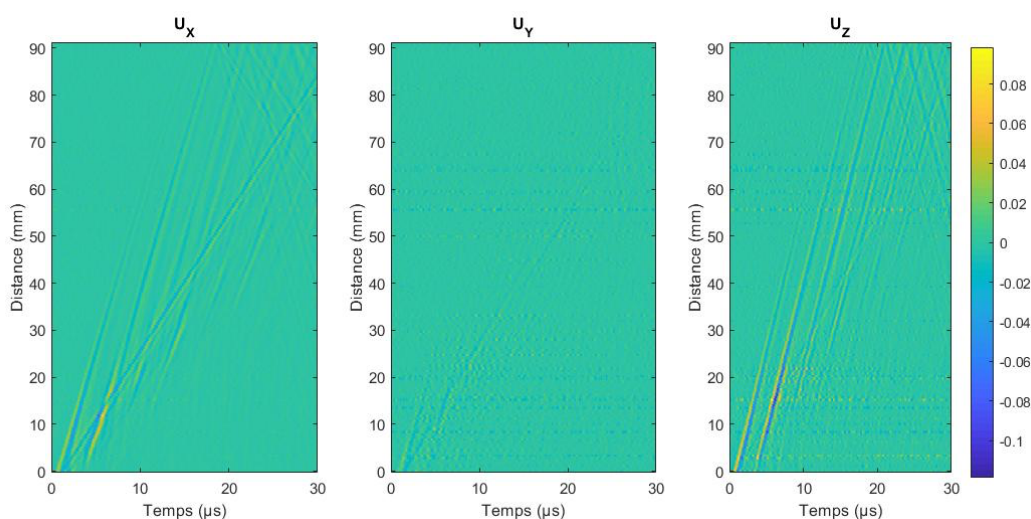


Figure III-10 : Image de propagation spatio-temporelle brute issue du vibromètre laser 3D selon les trois directions de l'espace

La polarisation du mouvement est observable par la faible quantité de signal reçue pour la vibration selon l'axe Y par rapport aux autres axes X et Z : cette remarque permet de valider l'hypothèse selon laquelle les ondes de Lamb générées dans la plaque se propagent selon le plan OXZ permettant ainsi de découpler le mouvement en Y des autres axes d'études. Par la suite, seul le traitement des données en X et en Z sera donc présenté.

III.2.2 Techniques d'analyse temporelle et fréquentielle de la propagation

L'analyse des signaux spatio-temporels bruts (Figure III-10) est complexe puisque différents phénomènes vibratoires liés à la construction et à la propagation des ondes guidées se mélangent. Afin de simplifier l'identification des phénomènes, les traitements de signaux seront appliqués dans le cas simple de la plaque d'aluminium décrite précédemment : les phénomènes vibratoires pourront alors être associés à la théorie simple des ondes de Lamb en milieu isotrope.

Comme présenté dans les parties théoriques, trois types d'ondes peuvent se propager dans la plaque : l'onde longitudinale, l'onde transversale et l'onde de Rayleigh. Cependant la réception au vibromètre – 1D ou 3D – ne permet d'accéder qu'à la vibration à la surface de la plaque. Seuls deux types d'ondes peuvent alors être observés, l'onde de Rayleigh se propageant à la surface et les ondes longitudinales se propageant dans le volume avec une incidence rasante ; l'onde transversale se propageant dans le volume n'est pas directement visible mais participe à la réémission des ondes longitudinales en incidence rasante.

Les phénomènes vibratoires visibles à la surface peuvent se distinguer entre eux par une représentation temps – vitesses de phase (Figure III-11) : la notion de vitesse permet de séparer l'onde de Rayleigh des ondes longitudinales et la notion de temps permet de séparer l'onde longitudinale issue directement du transducteur des ondes réémises par les aller retours de l'onde transversale dans l'épaisseur de la plaque.

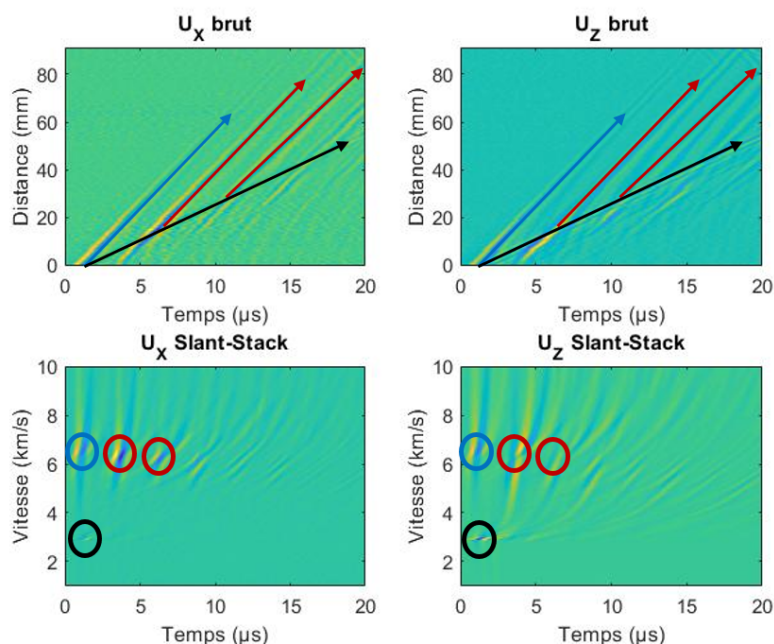


Figure III-11 : Séparation de l'onde longitudinale directe (en bleu), des ondes longitudinales réémises (en rouge) et de l'onde de Rayleigh (en noir) par une transformée de Slant-Stack

Cette représentation temps – vitesse de phase est réalisée au moyen d'une transformée de Slant-Stack. Cette transformée est un traitement de données appliqué au départ au domaine géophysique pour résoudre le problème de la séparation d'ondes primaires aux multiples réflexions/réfractions [21]. Elle fut ensuite appliquée à l'estimation de la dispersion des ondes de surface (Rayleigh, Love) [22] et à l'évaluation des ondes guidées. Les détails relatifs à cette transformée sont développés en annexe.

Les parties suivantes proposent l'étude de l'onde longitudinale directe (en bleu sur la Figure III-11), de la première onde longitudinale réémise (en rouge sur la Figure III-11) et de l'onde de Rayleigh (en noir sur la Figure III-11) de manière isolée avant d'étudier leurs interactions et la construction des ondes de Lamb.

III.2.2.1 Étude des phénomènes vibratoires isolés

L'étude des phénomènes vibratoires permet à la fois d'identifier les modes se propageant dans la plaque ainsi que de préciser la localisation de leurs générations. La Figure III-12 reprend schématiquement les différents types de mode se propageant dans la plaque, traités dans les parties suivantes.

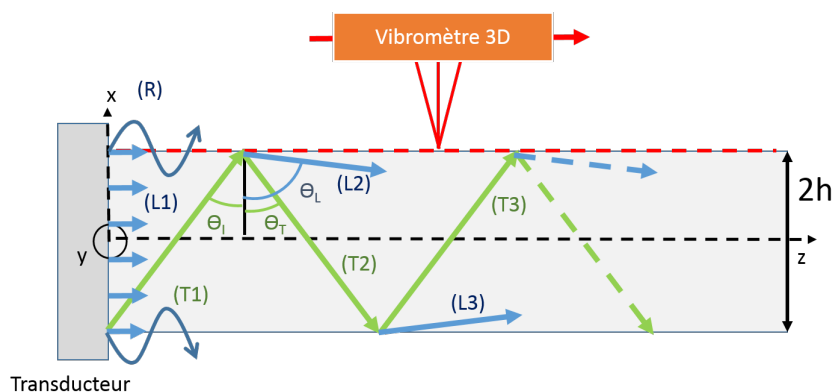


Figure III-12 : Schéma du trajet des ondes dans la plaque durant la mesure au vibromètre 3D

a) L'onde longitudinale directe

L'onde longitudinale peut être isolée grâce à une transformée de Slant-Stack. Comme présenté sur la Figure III-11, plusieurs ondes longitudinales se propagent autour de 6000 m/s et se distinguent entre elles par leurs temps d'apparition. En appliquant un masque autour de l'apparition de la première onde longitudinale, il est alors possible d'étudier son spectre (Figure III-13) séparément : le masque est une fonction porte temporelle de dimension variable en fonction de l'échantillon étudié et du phénomène observé.

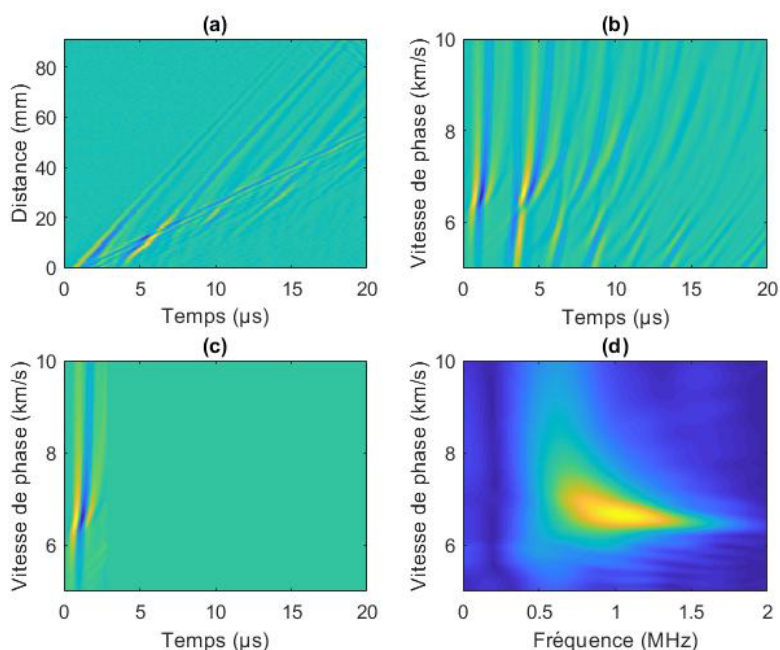


Figure III-13 : Traitement des ondes longitudinales, (a) propagation brute, (b) transformée Slant-Stack, (c) application du masque, (d) transformée de Fourier

La première onde longitudinale est directement issue du transducteur – d'où son nom : l'onde longitudinale directe. Son spectre pour le mouvement en X et en Z montre que l'énergie de cette onde est concentrée sur le mode L_1 : cette observation permet de dire que l'onde se

propage avec une seule longueur d'onde dans l'épaisseur de la plaque. En l'observant à la surface, on peut alors considérer que l'onde observée est générée par le transducteur à la face opposée à celle scannée.

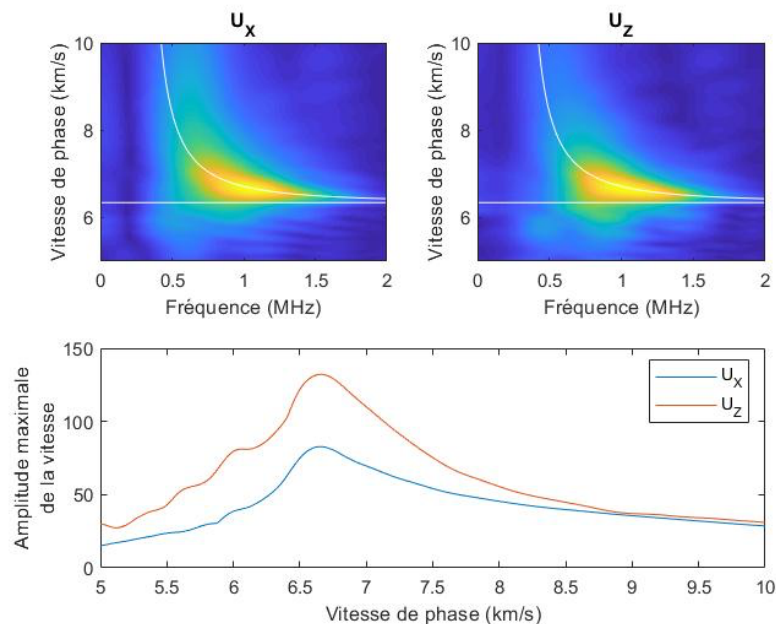


Figure III-14 : Spectre de la première onde longitudinale isolée pour le mouvement en X et en Z avec les modes L_0 et L_1 (en haut), Détection de la vitesse la plus énergétique (en bas)

Au vu de ces remarques, la détection de la vitesse de phase peut être biaisée puisque l'onde ne se déplace pas uniquement dans l'axe principal de la plaque. Pour détecter précisément la vitesse de l'onde longitudinale, il est nécessaire d'étudier la première onde longitudinale réémise.

b) L'onde longitudinale réémise

Tel que réalisé pour la première onde longitudinale, la deuxième onde longitudinale peut être isolée des autres phénomènes vibratoires. Théoriquement, cette onde est générée par l'onde transversale lors de sa première rencontre avec l'interface de la plaque avec un angle critique (Figure III-3). On peut noter que les spectres des mouvements en X et en Z sont différents (Figure III-15) : selon le mouvement en X, l'onde se confond avec le mode L_1 alors que selon le mouvement en Z l'onde se confond avec le mode L_0 . Cela montre qu'en Z l'onde se propage uniquement à la surface alors qu'en X, elle a une longueur d'onde dans la plaque et se dissipe rapidement dans la plaque. Cette remarque est soulignée par l'étude de l'atténuation de l'onde dans la plaque d'aluminium présentée en annexe : l'atténuation en X est nettement supérieure à celle en Z.

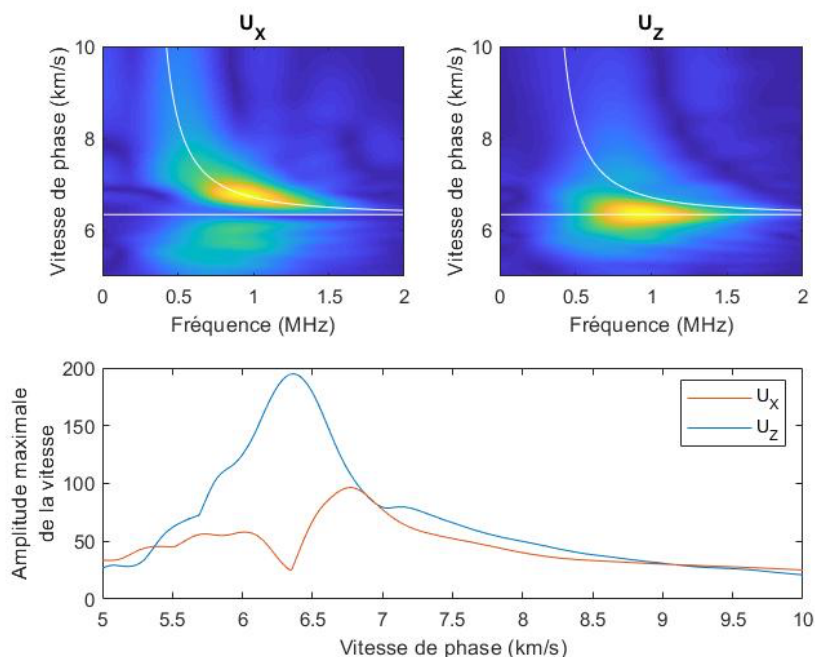


Figure III-15 : Représentation fréquence / vitesse de phase de la première onde longitudinale réémise à l'interface, Détection de vitesse

Comme présenté dans la partie théorique, l'onde transversale émet à l'angle critique une onde longitudinale rasante, dont le mouvement est tangent à son axe de propagation. Cette propagation rasante se traduit par une énergie maximale à la vitesse de l'onde longitudinale en Z (axe tangeant au sens de propagation rasant) et par une énergie minimale à la même vitesse en X (axe normal au sens de propagation rasant) : la vitesse de l'onde longitudinale pure peut alors être mesurée précisément.

c) L'onde de Rayleigh

Comme évoqué dans la partie théorique, l'onde de Rayleigh se caractérise par une faible atténuation/dispersion et un mouvement elliptique rétrograde. La représentation temps – vitesse de phase réalisée par la transformée Slant-Stack permet dans un premier temps d'estimer la vitesse de propagation de cette onde. Pour ce faire, une recherche de maximum est réalisée dans le temps pour chaque vitesse et présentée dans la Figure III-16. Cette figure montre un pic à 2930 m/s pour le mouvement en X et en Z : la finesse de ce pic rendant précise la détection de vitesse de l'onde de Rayleigh est due à son comportement pas/peu dispersif. Un deuxième pic (3040 m/s) apparaît selon le mouvement en X pour une vitesse légèrement supérieure à V_R et peut être associé à la vitesse V_T .

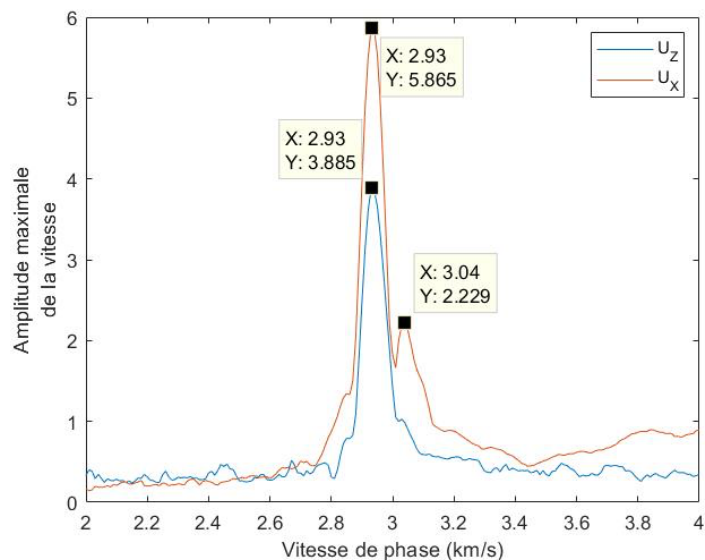


Figure III-16 : Recherche de la vitesse maximale de mouvement associée de l'onde de Rayleigh

Le mouvement elliptique rétrograde de l'onde de Rayleigh est caractérisé théoriquement par le module du rapport $|H/V|$. Une première estimation de ce rapport ($|H/V| = 0,66$) est possible en prenant l'amplitude $|V|$ du mouvement en X et $|H|$ en Z à la vitesse de phase de l'onde Rayleigh. Cette valeur sera comparée à la valeur théorique dans la partie suivante.

Cependant la visualisation de cette ellipse est possible en traçant les signaux temporels de la transformée de Slant-Stack à la vitesse de phase de l'onde de Rayleigh. Rappelons que cette transformée somme l'énergie ondulatoire se propageant à une même vitesse dans l'espace : l'estimation du rapport $|H/V|$ obtenue est alors sa valeur moyenne, propre à l'onde de Rayleigh bien que celle-ci puisse évoluer lors du régime transitoire de l'onde. La Figure III-17 à gauche montre le mouvement rétrograde de l'ellipse (le mouvement U_z commence par une vitesse de mouvement négative quand le mouvement U_x débute par une vitesse de mouvement positive) alors que la figure de droite présente l'ellipse du mouvement.

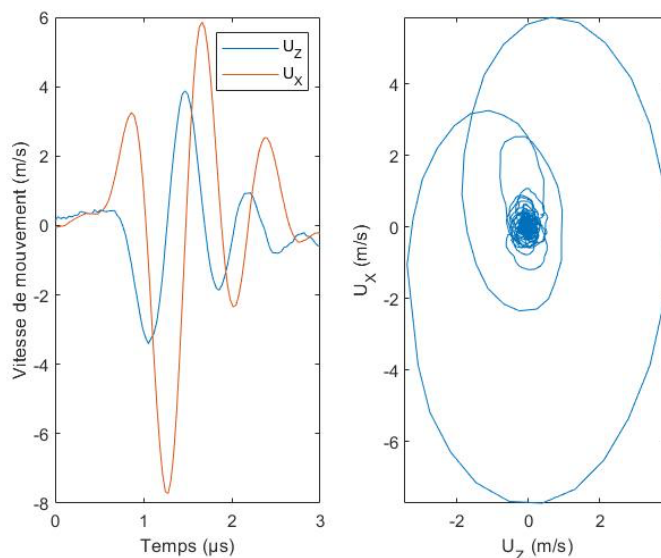


Figure III-17 : Ellipse de l'onde de Rayleigh à partir de la transformée Slant-Stack à la vitesse de l'onde

La transformée de Slant-Stack en temps – vitesse de phase peut être soumise à une transformée de Fourier permettant alors d'étudier le spectre de l'onde en fréquence – vitesse de phase (Figure III-18). Cette représentation montre que l'énergie spectrale est contenue entre 0,2 et 2 MHz : le transducteur d'émission étant de 1 MHz, il est normal de trouver un spectre autour de cette fréquence. Bien que ces points soient davantage détaillés dans la partie présentant la construction des ondes de Lamb, deux phénomènes peuvent être isolés de ces images : en basse fréquence – de 0,2 à 0,6 MHz – l'énergie vibratoire correspond au mode S0, alors que l'onde de Rayleigh stable s'exprime en haute fréquence – de 0,8 à 1,6 MHz.

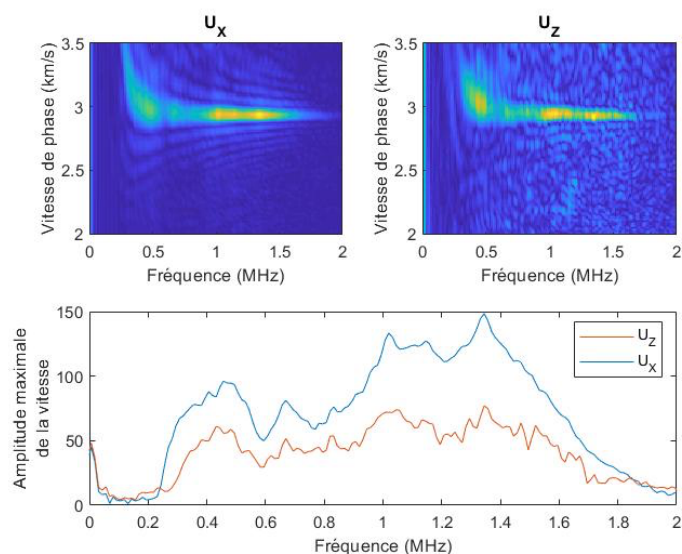


Figure III-18 : Étude du spectre de l'onde de Rayleigh par transformée de Slant-Stack en fréquence pour des vitesses de 2000 m/s à 3500 m/s

III.2.2.2 Construction des ondes de Lamb

Rappelons ici que les ondes de Lamb viennent du couplage des modes T_n et L_m . Les traitements de signaux présentés jusqu'ici permettent d'isoler les différents phénomènes vibratoires les uns des autres : l'accent a été porté sur l'identification des ondes longitudinales se propageant à la surface de la plaque, qu'elles soient directement issues du transducteur ou d'une première réémission à l'interface.

L'écart temporel entre les différents phénomènes longitudinaux, que l'on nomme Δt , peut être mesuré grâce à la transformée Slant-Stack temporelle à la vitesse de l'onde longitudinale (Figure III-19). Il est intéressant de noter que cette représentation temporelle permet de visualiser les différences de phase entre les mouvements en X et en Z : ces mouvements dans les deux directions sont en phase pour l'onde longitudinale émise par le transducteur (première onde arrivée) alors que les mouvements en X et en Z des ondes longitudinales réémises à l'interface sont déphasés. Ceci tend à montrer que les informations vibratoires de la première onde longitudinale issue directement du transducteur sont associées au même phénomène (le mode L_1) alors que celles des ondes longitudinales réémises à l'interface sont dissociées (en Z le mode L_0 , en X le mode L_1).

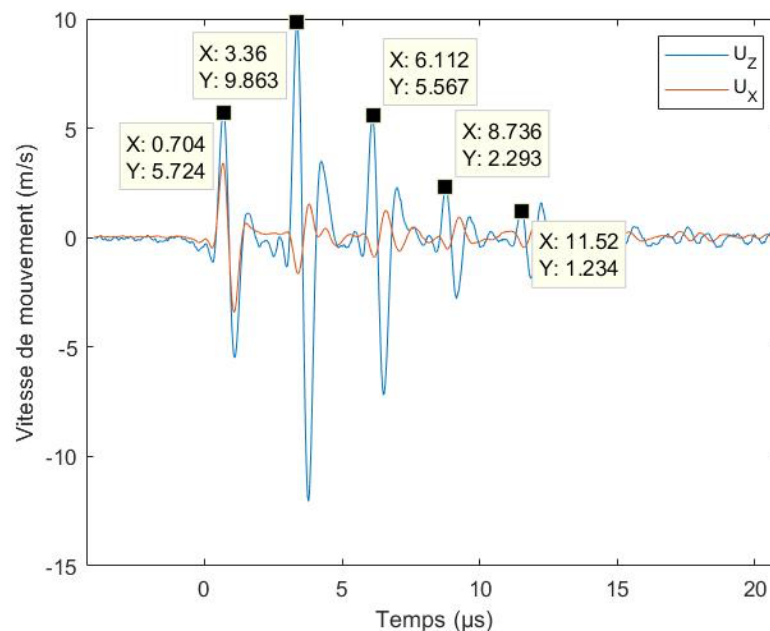


Figure III-19 : Estimation du Δt par une transformée Slant-Stack temporelle à la vitesse de l'onde longitudinale

Notons que l'intervalle Δt séparant l'onde longitudinale émise par le transducteur et la première onde longitudinale réémise par l'interface est le même que celui séparant les différentes ondes longitudinales réémises. Cette remarque permet de préciser la génération d'onde dans la plaque par le transducteur : l'onde transversale en incidence critique est générée

par le transducteur dans les coins de la plaque. La Figure III-12 présente alors le schéma du trajet des ondes dans la plaque lors de la mesure au vibromètre 3D.

Si l'interaction des modes non couplés conduit à terme dans le plan kf aux courbes de dispersion des ondes de Lamb, il est intéressant d'étudier leurs constructions dans le temps. La transformée Slant-Stack en fréquence de l'onde longitudinale directement issue du transducteur et de la première réémission longitudinale permet déjà de visualiser un phénomène d'interférences (Figure III-20). L'énergie selon le déplacement en Z se répartie sur le mode L_0 avec des maximums d'énergie aux croisements entre les modes L_0 et T_{2n} alors que l'énergie selon le déplacement en X se répartie sur le mode L_1 avec des maximums d'énergie aux croisements entre les modes L_1 et T_{2n+1} .

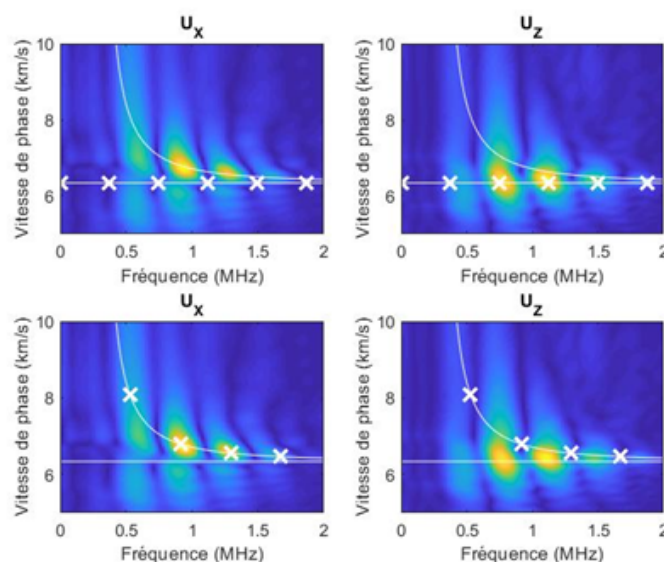


Figure III-20 : Croisement entre les deux premiers modes L_n (– blanc) et les modes T_m . En haut n et m pair, en bas m et n impair.

Il est déjà possible de mesurer le décalage Δf à partir de l'équation (III-9) en considérant les croisements entre les modes L_0 et T_{2n} visibles en Z : pour cela, une recherche de maximum est réalisée pour chaque fréquence (Figure III-21). La valeur du Δf ainsi mesurée est présentée ultérieurement dans le Tableau III-2.

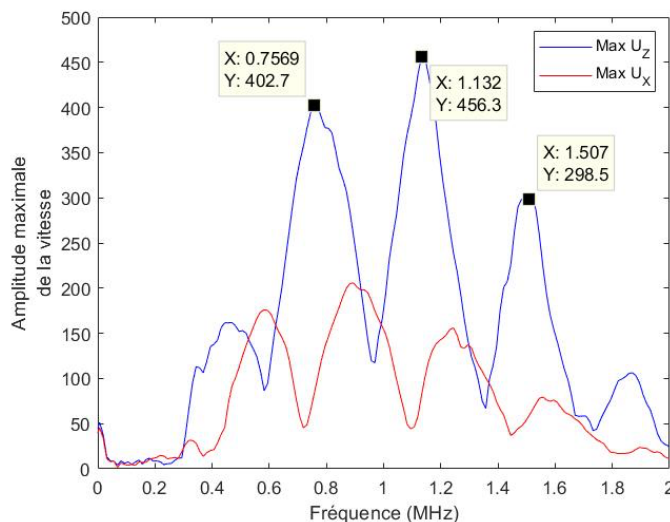


Figure III-21 : Recherche des maximums pour chaque fréquence pour l'estimation du Δf

L'estimation du Δf peut être comparée au Δt séparant les ondes longitudinales réémises en incidence rasante et est présentée par l'équation (III-7).

Par la suite, en ajoutant progressivement les ondes réémises par l'interface, les maximums d'énergie présentés Figure III-20 vont petit à petit s'affiner et se répartir sur les modes de Lamb (Figure III-22). Les positions des maximums et minimums répartis sur les modes L_0 et L_1 ne vont quant à eux pas bouger.

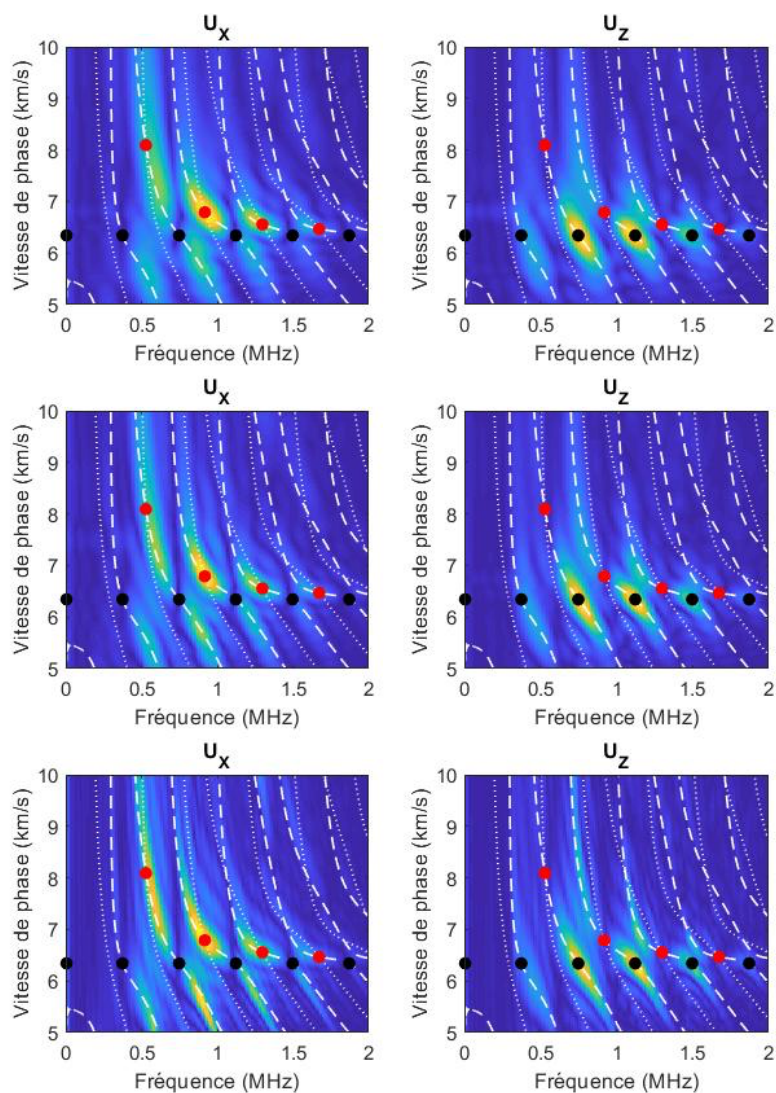


Figure III-22 : Création des courbes de dispersion, en haut l'onde directe et 2 réémissions, au milieu l'onde directe et 3 réémissions, en bas l'onde directe et 4 réémissions.

À terme, la transformée Slant-Stack fréquentielle de la totalité du signal permet de reconstruire une bonne partie des courbes de dispersion des ondes de Lamb (Figure III-23). On remarque que seuls les modes S_n se propagent dans la plaque, conséquence du transducteur émetteur en compression qui favorise davantage ces modes que les modes A_n .

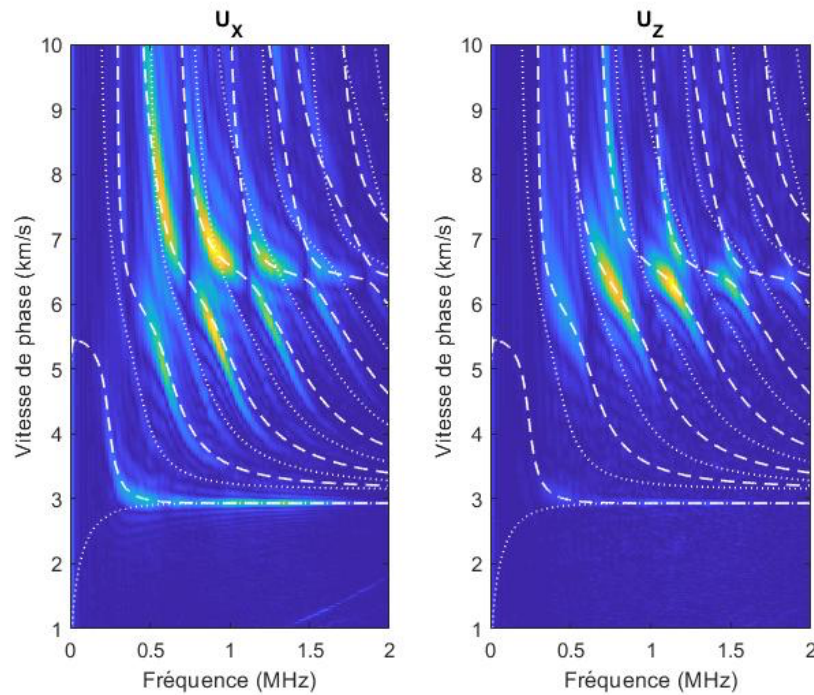


Figure III-23 : Transformée Slant-Stack fréquentielle de la totalité du signal avec les courbes de dispersion
(en -- les modes S_n et en ... les modes A_n)

III.2.2.3 Résumé des traitements des données pour la caractérisation

Grâce aux techniques de traitement du signal, il est possible d'isoler l'onde longitudinale directe ou réémise et l'onde de Rayleigh. La mesure des vitesses de ces ondes est alors possible (Tableau III-2) : ces mesures sont effectuées pour les ondes se propageant uniquement selon Z, axe principal de la plaque. La mesure de la vitesse de l'onde de Rayleigh ne pose pas d'ambiguïté puisque cette onde se déplace par nature à la surface de la plaque. La mesure de la vitesse de l'onde longitudinale (L_0) est réalisée à la première réémission longitudinale dans la direction Z : comme pour l'onde de Rayleigh, cette onde longitudinale observée se propage à la surface de la plaque.

La mesure de la vitesse de l'onde transversale est plus complexe puisque celle-ci est peu visible à la surface de la plaque. Une estimation de cette vitesse est possible en utilisant les deux rapports H/V théoriques (Tableau III-2) : les deux rapports, égaux entre eux, sont fonction de V_L , V_T , V_R et de l'épaisseur dans un cas, et de V_L et V_R et de l'épaisseur dans l'autre cas, permettant alors d'isoler V_T . Cependant cette estimation de V_T est valide dans le cas d'un matériau homogène et isotrope. Les mesures de V_R et V_L ainsi que l'estimation de V_T sont présentées dans le tableau ci-dessous et comparées aux valeurs de la littérature.

L'ellipsométrie de l'onde de Rayleigh permet de visualiser son mouvement elliptique rétrograde. Deux estimations du rapport $|H/V|$ sont alors possibles (Tableau III-2) : une en prenant le rapport d'amplitude en U_X et U_Z , l'autre en prenant le rapport des côtés de l'ellipse. Cependant cette deuxième estimation est biaisée par le régime transitoire de l'onde de Rayleigh : l'ellipse n'est jamais vue en totalité en régime établi. Les mesures de ces rapports sont présentées dans le tableau suivant et comparées aux valeurs théoriques.

L'analyse fréquentielle des ondes longitudinales isolées permet d'associer ces ondes à des modes longitudinaux non couplés : l'onde directe est un mode L_1 alors que la première onde réémise a une partie réelle confondue avec le mode L_0 et une partie évanescente confondu avec le mode L_1 .

L'analyse de la totalité du signal permet quant à elle la mesure temporelle du Δt et fréquentielle du Δf (Tableau III-2) : ces deux mesures sont cohérentes entre elles ($\Delta t = \frac{1}{\Delta f}$) et à leurs estimations. Les valeurs mesurées peuvent être comparées à leurs valeurs théoriques dont les paramètres d'entrées sont V_L , V_T et $2h$.

	VALEURS MESUREES	VALEURS THEORIQUES	ERREURS RELATIVES	LITTERATURE [17]
V_L	6340 m/s	Ø	Ø	6420 m/s
V_R	2930 m/s	2843 m/s	2,98 %	Ø
V_T	3038 m/s	3150 m/s	3,56 %	3040 m/s
$ H/V $	0,66	0,64	3,13 %	0,63
Δt	2,70 μ s	2,67 μ s	1,12 %	Ø
$\frac{1}{\Delta f}$	2,63 μ s	2,79 μ s	5,73 %	Ø

Tableau III-2 : Récapitulatif des paramètres mesurés / théoriques sur la plaque d'aluminium et comparés à la littérature

III.2.3 Validation numérique du modèle théorique

Afin de confirmer le lien entre le comportement théorique (présenté dans la partie III.1) et les phénomènes vibratoires observés expérimentalement (présentés dans la partie III.2.1 et III.2.2), une simulation numérique a été réalisée.

Cette simulation, basée sur la modélisation numérique d'une plaque (cœur) immergée dans un milieu absorbant, et dont les détails sont présentés en annexe, propose l'étude d'une plaque semi infinie d'aluminium dont les dimensions sont les mêmes que la plaque d'aluminium expérimentale, à savoir (9,65 x 142,2 x 94,9 mm). La Figure III-24 présente la modélisation de la plaque d'aluminium (en gris), du transducteur (en bleu) et la ligne de réception du vibromètre (en rouge).

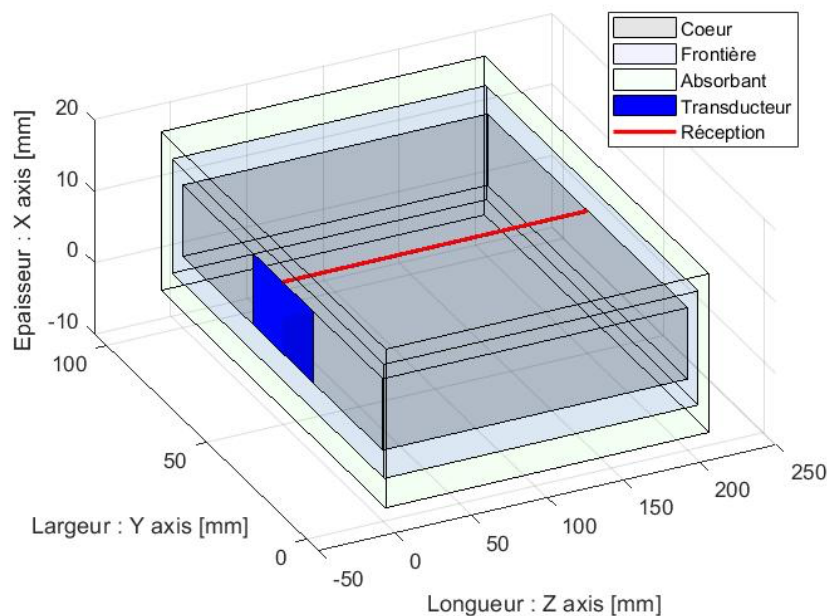


Figure III-24 : Schéma de la simulation d'une plaque d'aluminium

Cette simulation a permis de valider les hypothèses sur les phénomènes vibratoires observés expérimentalement et leurs associations aux modes théoriques des ondes de Lamb.

La Figure III-25 présente une partie des résultats de la simulation. Le phénomène de réémission longitudinale est visible sur la Figure III-25.1 ainsi que l'onde de Rayleigh. La Figure III-25.2 présente la transformée Slant-Stack temporelle permettant l'estimation des vitesses et du Δt . La Figure III-25.3 enfin présente la transformée Slant-Stack fréquentielle permettant de confirmer l'utilisation du modèle des ondes de Lamb pour la plaque d'aluminium simulée ; elle permet aussi la mesure du Δf .

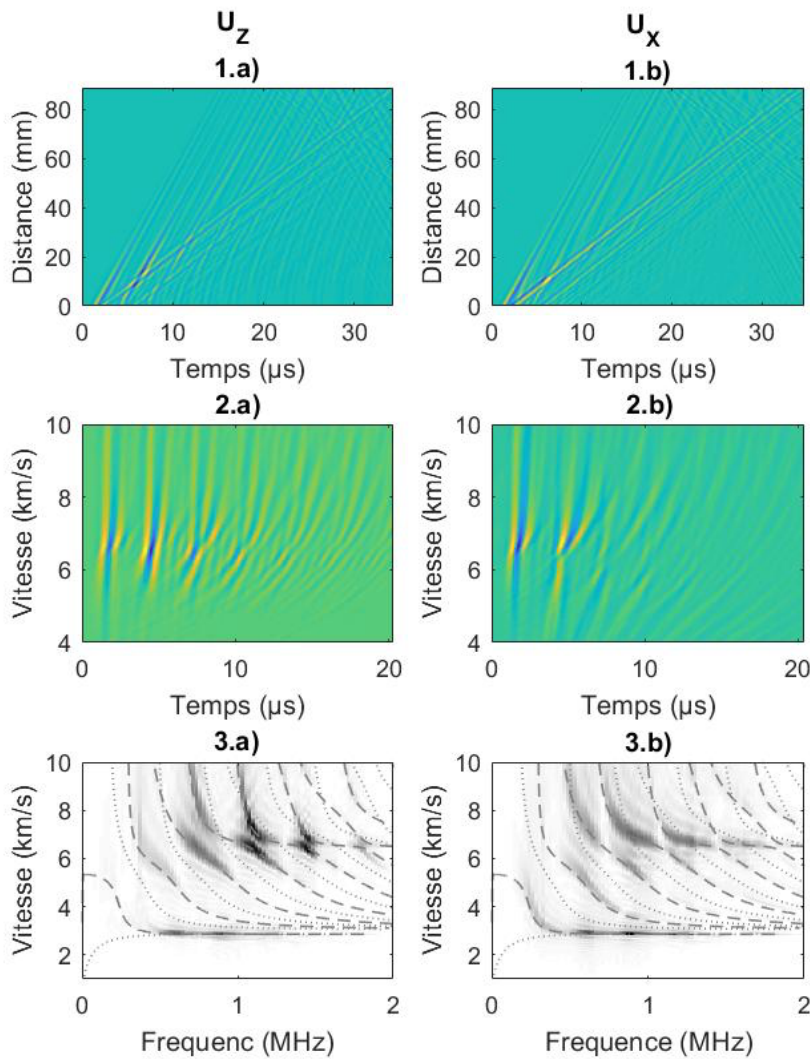


Figure III-25 : Simulation des modes de Lamb autour de 1MHz, 1.a) et 1.b) propagation spatio temporelle, 2.a) et 2.b) transformée Slant-Stack temporelle et 3.a) et 3.b) transformée Slant-Stack fréquentielle (-- modes S_n et ... modes A_n)

Ces derniers résultats (Figure III-25.3) sont similaires à ceux obtenus expérimentalement sur la plaque d'aluminium (Figure III-23). Bien que perfectible, la simulation assure un lien fort entre les phénomènes vibratoires observés expérimentalement sur la plaque d'aluminium et leurs identifications à des modes guidés théoriques, et valide ainsi la méthode.

III.3 Résultats : signatures acoustiques des os

III.3.1 Caractérisation expérimentale d'un échantillon bovin

Comme précisé dans la partie III.2.1.1, avant de se focaliser sur l'os humain et son évolution mécanique au cours du temps *post mortem*, une plaque d'os bovin a été étudiée pour se rapprocher des caractéristiques de l'os sans être limité par les dimensions de l'échantillon. Les mesures brutes selon les trois axes de mouvement en X, Y et Z permettent de valider certaines hypothèses amenant à l'étude des ondes de Lamb (Figure III-26).

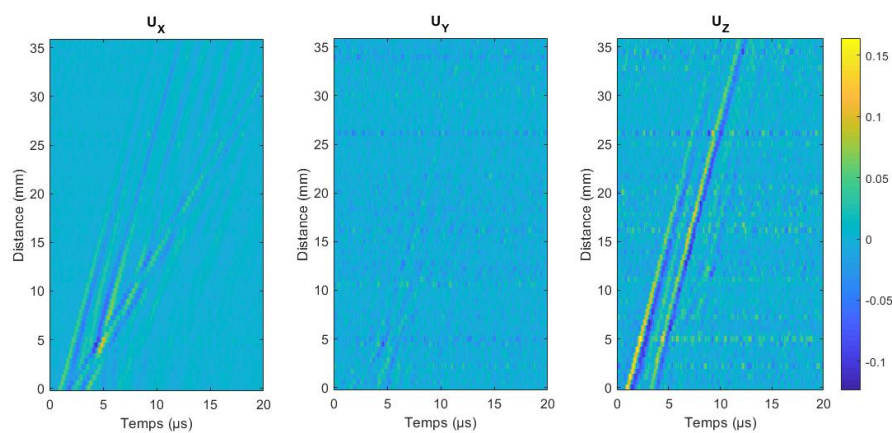


Figure III-26 : Signaux bruts sur la plaque d'os bovin obtenus au vibromètre 3D

L'énergie vibratoire est concentrée sur les axes X et Z permettant de dissocier l'étude ultrasonore de l'axe Y du plan 0XZ. Sur l'axe X et Z il est possible d'observer une onde longitudinale directe, une ou deux ondes longitudinales réémises à l'interface et l'onde de Rayleigh.

Il est alors possible d'étudier dans un premier temps les différentes ondes longitudinales et l'onde de Rayleigh séparément pour estimer leurs vitesses et leurs spectres. Ces mesures permettront dans un second temps l'étude globale du système et de la comparer au modèle théorique des ondes de Lamb en milieu isotrope.

III.3.1.1 Étude des phénomènes isolés

a) L'onde longitudinale directe

Conformément à l'étude présentée sur la plaque d'aluminium, l'onde longitudinale directement émise par le transducteur correspond au mode L_1 généré dans le coin de la face opposée à celle scannée par le vibromètre. En faisant la même hypothèse dans le cas de l'os bovin, les vitesses de propagation mesurées en X et en Z doivent être légèrement supérieures à la vitesse du mode pur L_0 . Cette onde directe peut être isolée des autres phénomènes vibratoires grâce à l'usage d'une transformée de Slant-Stack et d'un masque composé d'une fonction porte (Figure III-27).

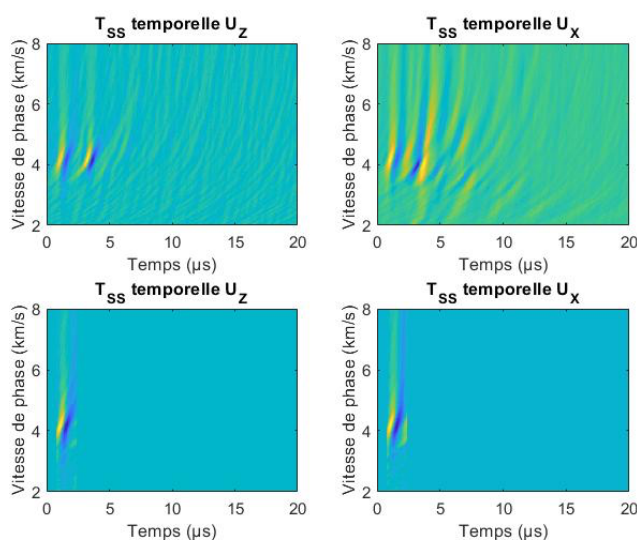


Figure III-27 : Isolement de l'onde longitudinale directe sur l'os bovin

La transformée Slant-Stack fréquentielle de cette onde directe isolée permet d'étudier la gamme fréquentielle ainsi que la vitesse à laquelle se propage l'onde (Figure III-28). Les vitesses longitudinales mesurées montrent des valeurs comparables entre elles (4180 m/s en X et 4200 m/s en Z).

La similarité des paramètres suivis entre les axes X et Z tend à montrer que les informations vibratoires observées sont issues du même phénomène. La Figure III-28 propose une superposition des données et des modes L_n . La vitesse V_L choisie sera présentée dans la partie suivante traitant du premier *split off*.

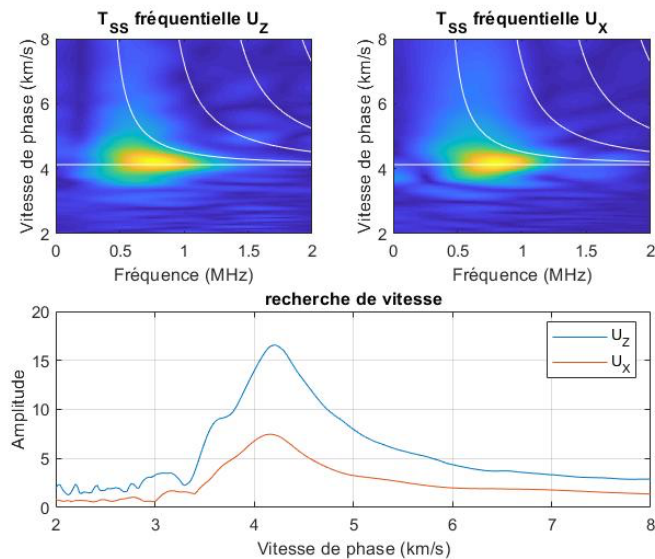


Figure III-28 : Étude spectrale de l'onde longitudinale directe sur l'os bovin

b) L'onde longitudinale réémise

De la même manière que pour l'onde longitudinale directe, la première onde réémise par l'interface peut être isolée des autres phénomènes vibratoires grâce à une transformée Slant-Stack associée à un masque (Figure III-29). Comme présenté sur la plaque d'aluminium, un déphasage existe entre U_x et U_z , permettant de garder l'hypothèse d'une génération ultrasonore aux bords de la plaque.

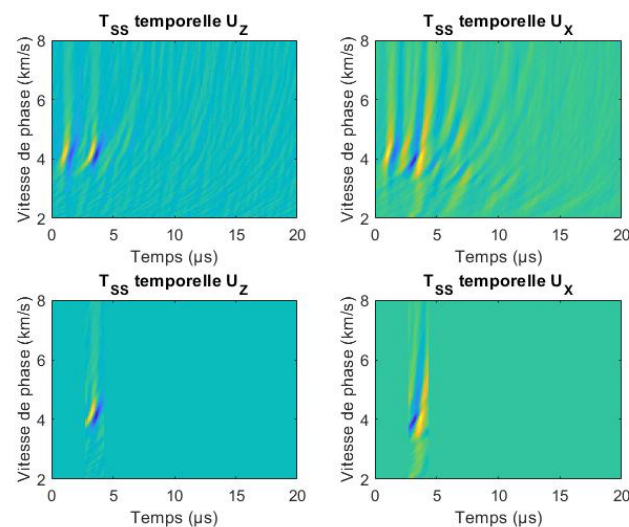


Figure III-29 : Isolement de la première onde longitudinale réémise sur l'os bovin

La transformée Slant-Stack fréquentielle (Figure III-30) permet de valider en partie les hypothèses quant aux modes non couplés se propageant dans la plaque. Ainsi, comme pour la plaque d'aluminium, le *split off* étudié montre des différences entre X et Z. Un seul pic est détecté en Z (4120 m/s) alors qu'en X deux pics peuvent être détectés (3860 m/s et 4800 m/s).

Ce comportement rappelle les associations faites sur la plaque d'aluminium : l'énergie de l'onde se répartie sur le mode L_0 en Z et sur le mode L_1 en X. La Figure III-30 propose alors la superposition des modes non couplés L_n à partir de la vitesse mesurée en Z, associée au mode L_0 . Cependant en X, l'énergie se répartie aussi à une vitesse plus basse que celle du mode L_0 identifiée en Z. Bien que cette observation puisse être faite sur la plaque d'aluminium, le mode L_1 est, dans le cas de l'os bovin, bien moins énergétique. Ce manque d'énergie pourrait être expliquer le mode L_0 visible dans le cas de l'onde directe (Figure III-28) : si le mode L_1 rencontre des difficultés à être généré, l'onde pourrait changer de mode et se répartir sur le mode L_0 .

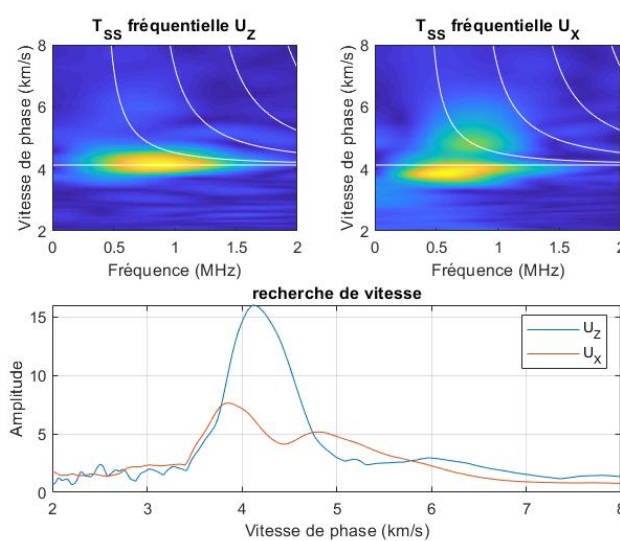


Figure III-30 : Étude spectrale de la première onde longitudinale réémise sur l'os bovin

c) L'onde de Rayleigh

La vitesse de l'onde de Rayleigh peut être mesurée à l'aide d'une transformée Slant-Stack fréquentielle (Figure III-31). Contrairement à la plaque d'aluminium, l'onde de Rayleigh n'est visible qu'en X : la vitesse de l'onde de Rayleigh est alors de 1810 m/s. En Z le signal semble altéré par une onde stationnaire (bande d'énergie à 0 Hz).

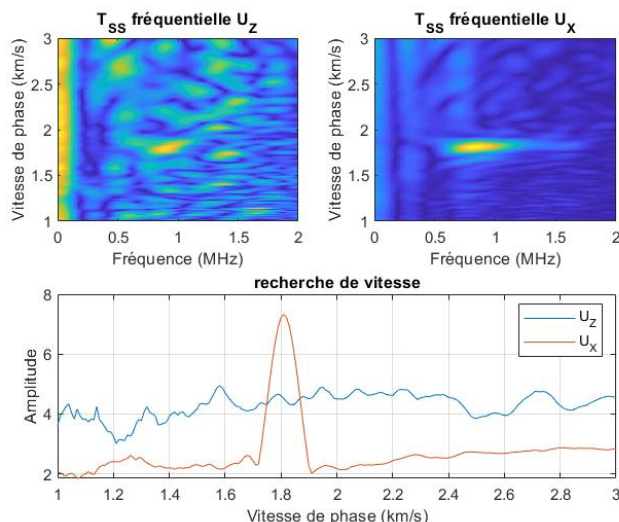


Figure III-31 : Estimation de la vitesse de l'onde de Rayleigh par transformée Slant-Stack sur l'os bovin

Ce manque de signal en Z empêche l'approche du rapport $|H/V|$. Cependant, même si le signal est bruité, le mouvement elliptique rétrograde peut être mis en évidence par une coupe à la vitesse de l'onde de Rayleigh de la transformée Slant-Stack temporelle (Figure III-32).

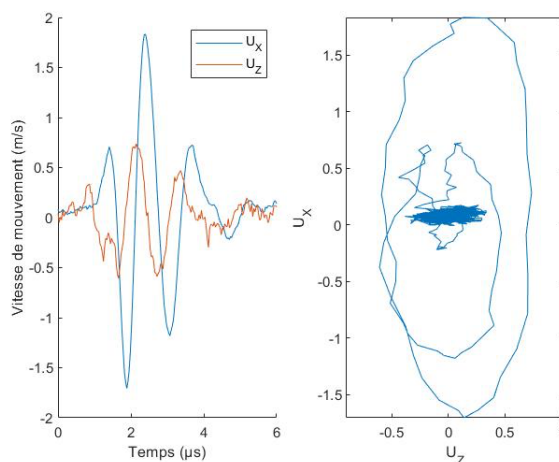


Figure III-32 : Visualisation de l'ellipse de l'onde de Rayleigh moyenne

III.3.1.2 Étude globale

Les différentes études des phénomènes vibratoires isolés ont permis d'estimer les vitesses de propagation des ondes L_0 (4120 m/s) et R (1810 m/s). L'onde T_0 est peu visible cependant une estimation théorique de la vitesse de l'onde T_0 est possible en considérant l'hypothèse de matériau isotrope : l'égalité des deux rapports $|H/V|$ théoriques (III-26) permet une estimation de cette vitesse à 1933 m/s, proche du pic observé en Slant-Stack.

À partir des vitesses des ondes L_0 et T_0 et de l'épaisseur de la plaque, il est possible de superposer les signaux fréquentiels et les différents modes de Lamb. La Figure III-33 montre la superposition des signaux transformés par Slant-Stack fréquentielle et des modes de Lamb. Bien que la superposition ne soit pas parfaite, il est possible d'identifier les modes se propageant dans l'os. Comme prévu, le transducteur en compression sollicite en priorité les modes S_n : on peut observer en X les modes S_n pour $n = 0,1,2,3$ et en Z les modes S_n pour $n = 1,2,3$.

Bien que les vitesses soient déjà mesurées lors des études isolées, l'étude globale propose un pic à la vitesse de l'onde R et des phénomènes différents à la vitesse L_0 en X et en Z. On retrouve alors en Z la vitesse du mode L_0 (4180 m/s) alors qu'en X à cette vitesse il y a un creux (4150 m/s) : ces remarques permettent de valider la réémission rasante d'ondes longitudinales à l'interface.

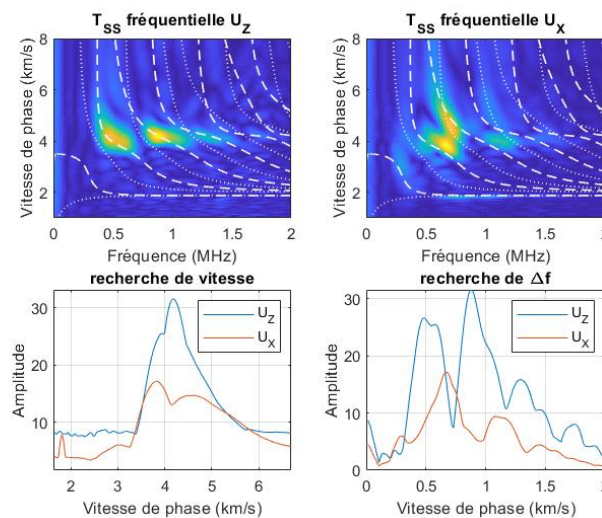


Figure III-33 : Étude fréquentielle globale comparée au modèle isotrope des modes de Lamb

Les interférences visibles sur la Figure III-33 bas gauche permet une mesure du Δf : cette mesure est réalisée entre les deux minimums en U_z à 0,73 MHz et 1,17 MHz et vaut 0,44 MHz. Cette valeur peut être comparée au Δt mesuré (2,18 μ s) entre l'onde L directe et la première onde L réémise (Figure III-34) : l'inverse de cette valeur ($1/\Delta t = 0,46$ MHz) est proche de la mesure du Δf (erreur relative de 4 %). Cette erreur relative est légèrement plus importante que celle mesurée sur la plaque d'aluminium (1 %) mais reste convenable compte tenu du rapport signal/bruit limitant la détection précise des pics d'énergie. L'approche théorique du Δt et du Δf à partir des formules présentées plus haut peut cependant apporter des erreurs : les simplifications apportées par le modèle isotrope peuvent biaiser l'estimation du temps de parcours de l'onde transversale dans la plaque d'os, considéré dans le chapitre II comme étant isotrope transverse ou orthotrope. La comparaison de la mesure avec la valeur du Δt théorique

(2,47 μs) sera présentée dans la discussion.

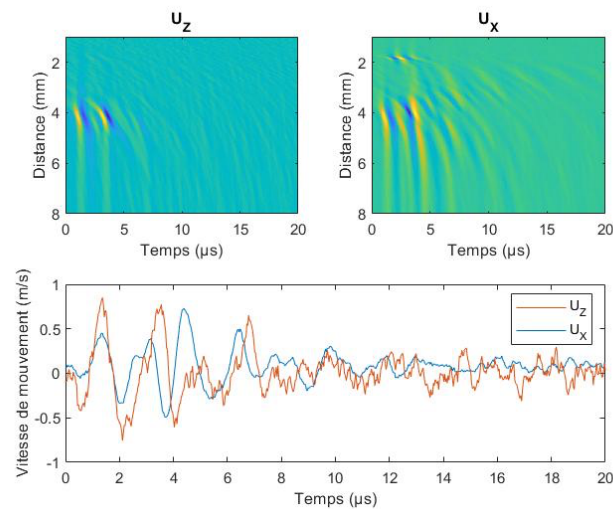


Figure III-34 : Étude temporelle globale pour l'estimation du Δt

III.3.1.3 Synthèse sur l'os bovin

L'étude de l'os bovin permet une transition entre la plaque d'aluminium par nature isotrope et de géométrie simple, et les plaques d'os humain. De manière globale, les phénomènes observés sur la plaque d'aluminium se retrouvent sur la plaque d'os bovin :

- La vitesse de l'onde de Rayleigh peut être précisément mesurée en X et en Z et la vitesse de l'onde L_0 peut être mesurée lors de la première réémission longitudinale rasante.
- Le mouvement elliptique rétrograde de l'onde de Rayleigh peut être observé temporellement cependant l'estimation du rapport $|H/V|$ est impactée par une onde stationnaire en Z.
- La superposition des modes de Lamb et des signaux expérimentaux permet une identification des modes se propageant dans la plaque d'os bien que les modes théoriques ne se superposent pas parfaitement : il est évident que le modèle isotrope des ondes de Lamb est limité pour l'étude précise de l'os mais convient en première approximation.
- Les mesures des Δt et Δf dérivant du modèle des modes de Lamb sont cohérentes entre elles. Comme pour la plaque d'aluminium, plusieurs remarques permettent de préciser la génération ultrasonore, faite dans les coins de contact entre le transducteur et la plaque.

Il est cependant nécessaire de préciser que la vitesse V_L choisie, conformément aux observations faites en Z sur le *split off*, correspond aux vitesses mesurées sur l'onde longitudinale directe. Il semble alors que cette onde puisse être associée au mode L_0 . Cette remarque diffère des observations faites sur la plaque d'aluminium. Il est possible que l'épaisseur de la plaque ne permettent pas, en basse fréquence (< 1 MHz), de générer des modes d'ordre supérieur, la fréquence de coupure étant trop haute en fréquence pour être stimulée.

III.3.2 Étude expérimentale d'un échantillon d'os humain

La caractérisation expérimentale de l'os humain par vibrométrie 3D est plus complexe que celle de l'os bovin principalement pour des raisons de géométrie. Les dimensions de l'os humain sont plus petites que celles de l'os bovin que ce soit en épaisseur ou en largeur : le conditionnement en plaque des échantillons humains a donc été limité en largeur (de 10 à 20 mm) s'éloignant de l'hypothèse d'une plaque semi infinie, notamment dans l'axe Y . De plus l'épaisseur corticale des échantillons humains est « globalement » plus faible que celle de l'os bovin (de 2,6 à 5,7 mm) ayant pour impact de resserrer temporellement les différents phénomènes vibratoires longitudinaux et de limiter leurs études isolées.

Comme précisé dans la partie III.2.1.1, l'usage du scotch réfléchissant a limité l'étude de la polarisation de mouvement même si son usage permet un meilleur rapport signal/bruit lors de l'acquisition.

Pour ces raisons, les résultats sur l'os humain proposent une étude approfondie d'un unique individu (DPM ~ 50 ans sous le nom (G3 : Ind 1)) ayant l'épaisseur corticale la plus importante (5,7 mm) afin de s'approcher des dimensions de la plaque bovine étudiée précédemment. Cet échantillon permet d'une part, l'étude isolée de l'onde longitudinale directe et de la première réémise – toutes les deux suffisamment espacées dans le temps permettant l'approche du Δt – et d'autre part, l'étude fréquentielle des phénomènes d'interférences entre les modes non couplés (Figure III-35).

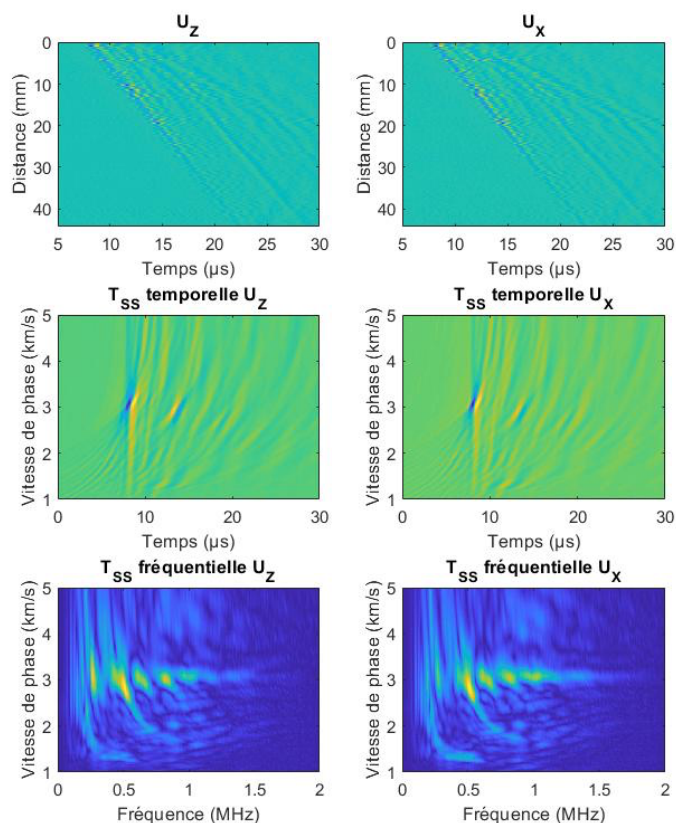


Figure III-35 : Visualisation spatio-temporelle brut et transformée Slant-Stack temporelle et fréquentielle des mesures sur l'individu (G3 : Ind 1) en X et en Z

III.3.2.1 Étude des phénomènes isolés

La Figure III-35 présentée ci-dessus montre des phénomènes vibratoires similaires aux études présentées sur la plaque d'aluminium et la plaque d'os bovin bien que le rapport signal/bruit soit plus faible. La transformée Slant-Stack temporelle (T_{SS} sur la Figure III-36) permet de mettre en évidence ces différents phénomènes : il est possible de repérer temporellement deux ondes longitudinales dont la vitesse est proche de 3000 m/s. Contrairement aux études sur la plaque d'aluminium et sur la plaque d'os bovin, l'onde de Rayleigh ne se distingue sur aucun axe limitant une étude isolée de cette onde. Notons que les signaux U_Z et U_X sont très similaires et ne peuvent être distingués par la transformée temporelle, rappelant l'influence du scotch réfléchissant sur la polarisation du mouvement.

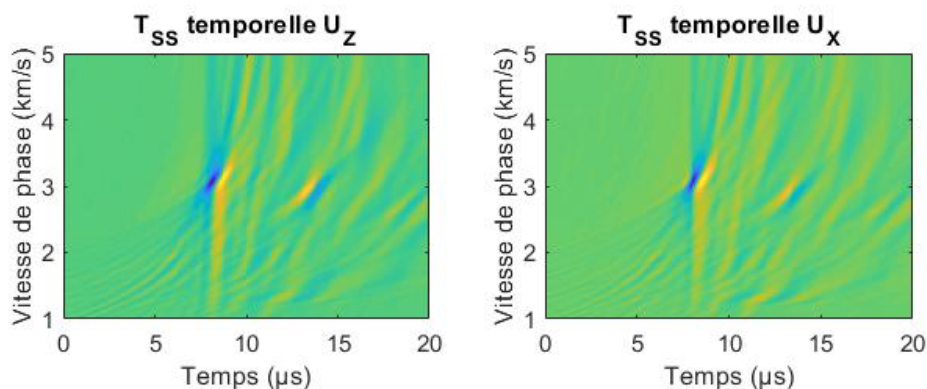


Figure III-36 : Transformée Slant-Stack temporelle appliquée à l'échantillon d'os (G3 : Ind 1)

Il est possible d'isoler les deux ondes longitudinales grâce à un masque appliqué sur la transformée Slant-Stack temporelle et ainsi d'étudier leurs vitesses de phase. La transformée fréquentielle permet ensuite d'associer l'onde choisie à un mode de propagation non couplé. La Figure III-37 présente la transformée Slant-Stack fréquentielle de l'onde longitudinale directe. Les courbes de dispersion des modes L_n sont superposées : les paramètres sont l'épaisseur de la plaque (5,70 mm) et la vitesse du mode L_0 dont la valeur est mesurée plus bas (2900 m/s).

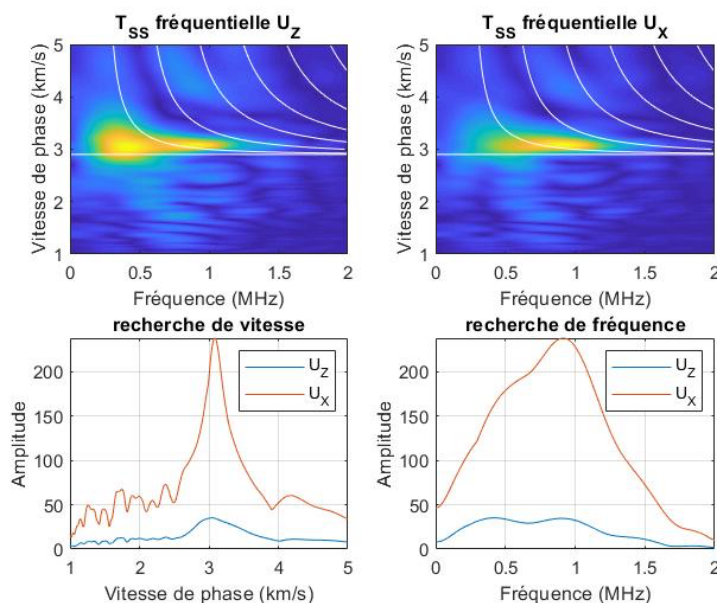


Figure III-37 : Transformées Slant-Stack fréquentielle appliquées à l'onde directe (G3 : Ind 1)

Conformément à la plaque d'aluminium, l'énergie de cette première onde longitudinale est *en partie* située sur le mode L_1 (énergie à 1 MHz en X et en Z). Cependant comme pour la plaque bovine, une partie de l'énergie semble se répartir sur le mode L_0 (énergie à 0,5 MHz en Z). Le premier *split off* présenté Figure III-38 est quant à lui associé au mode L_0 que ce soit pour la propagation en X ou en Z. Ce mode semble s'exprimer aux mêmes fréquences lors de l'étude de l'onde directe (0,5 MHz).

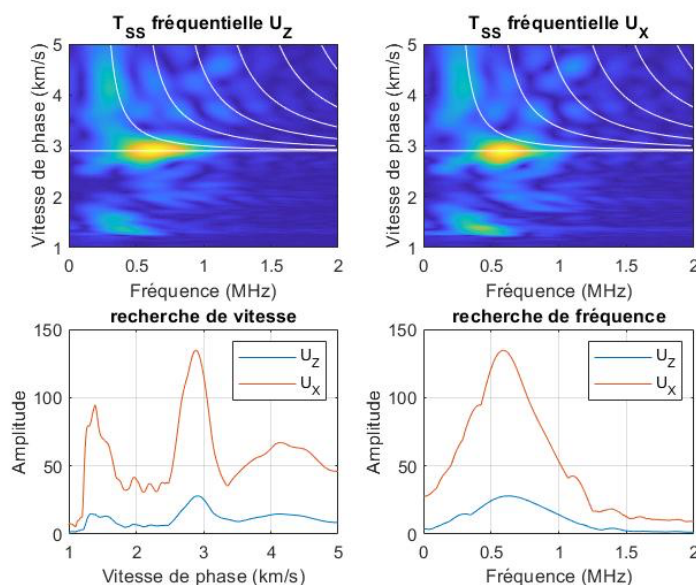


Figure III-38 : Superposition des deux premiers modes L_n sur les deux ondes longitudinales isolées

Ces remarques laissent suggérer, comme pour les deux plaques précédemment étudiées, que ces deux phénomènes vibratoires sont différents : la première onde pouvant être associée à un mode L_1 (s'il peut être généré) alors que la deuxième onde serait associée à un mode L_0 indépendamment de l'axe de mouvement retenu. Le mode L_0 propose alors une valeur de 2900 m/s défini comme V_L .

Le masque appliqué à la deuxième onde longitudinale (Figure III-38) englobe un phénomène vibratoire à plus basse vitesse (1320 m/s) qui pourrait être associé soit à l'onde de Rayleigh, soit à l'onde transversale : la faible énergie et le manque d'informations de polarisation ne permet pas de conclure sur son association. Si le cas de l'onde de Rayleigh est discuté plus bas, cette vitesse est associée dans un premier temps à celle de l'onde transversale T_0 afin de tracer les courbes de dispersion théoriques des ondes de Lamb dans la partie suivante.

III.3.2.2 État transitoire d'ondes guidées

Les deux ondes longitudinales isolées présentées ci-dessus peuvent être utilisées pour d'une part, estimer le Δt séparant les deux ondes temporellement et d'autre part, créer les premières interférences entre les modes L_0 et L_1 dont les maximums locaux à la vitesse de l'onde longitudinale sont espacés d'un Δf en représentation fréquentielle. La Figure III-39 présente les transformée de Slant-Stack en temporelle qui, par une recherche de maximum de l'enveloppe, permettent d'estimer le Δt .

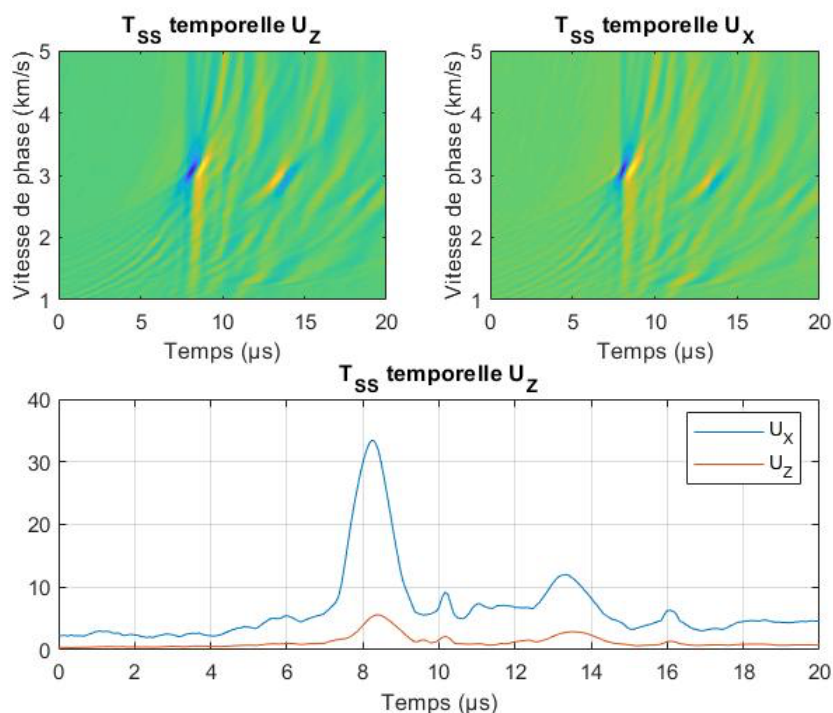


Figure III-39 : Mesure du Δt par la transformée de Slant-Stack (T_{ss}) temporelle

On peut noter une inversion de phase entre la première onde et la deuxième laissant suggérer, conformément aux observations faites sur les deux plaques d'aluminium et d'os bovin, que l'énergie du signal reçu est majoritairement issue du déplacement normal de la plaque (selon X).

La transformée Slant-Stack fréquentielle (Figure III.40) propose quant à elle six pics identifiables répartis autour de la vitesse longitudinale mesurée, cependant seuls les quatre pics centraux sont retenus pour l'estimation du Δf . Le Tableau III-3 présente les différentes mesures du Δt et du Δf : en bleu les valeurs mesurées de l'écart moyen entre les pics d'énergie en temporel et en fréquentiel, et en rouge les valeurs estimées par inversion des valeurs mesurées. L'erreur entre ces deux mesures est de 13 % ce qui est nettement supérieur à l'erreur mesurée sur la plaque d'os bovin (4 %) : cette différence peut être due au faible rapport signal/bruit et faible nombre de *split-off* ne permettant pas une mesure moyennée et une détection précise des pics d'énergie. Comme pour la plaque bovine, une étude plus poussée de ces paramètres demanderait l'usage d'un modèle d'anisotropie plus complexe que celui présenté dans ce chapitre (isotrope transverse).

	Mesure temporelle	Mesure fréquentielle	Erreur
Δt	5,04 μs	5,77 μs	12,7 %
Δf	0,198 MHz	0,173 MHz	12,6 %

Tableau III-3 : Mesure (en bleu) et estimation (en rouge) des Δf et Δt avec l'erreur relative entre les deux

Cette valeur de Δt (5,04 μs) n'est pas directement comparable avec la valeur théorique issue des valeurs de vitesses ($\Delta t = 3,69 \mu\text{s}$). Cette remarque sera discutée dans les parties suivantes.

À partir des estimations de vitesses, il est possible de superposer les courbes de dispersion théoriques des modes de Lamb sur la transformée Slant-Stack fréquentielle (Figure III-40). Les mêmes remarques que sur la plaque d'os bovin peuvent être faites : si la superposition n'est pas parfaite, elle permet en première approximation d'identifier les modes se propageant dans l'os.

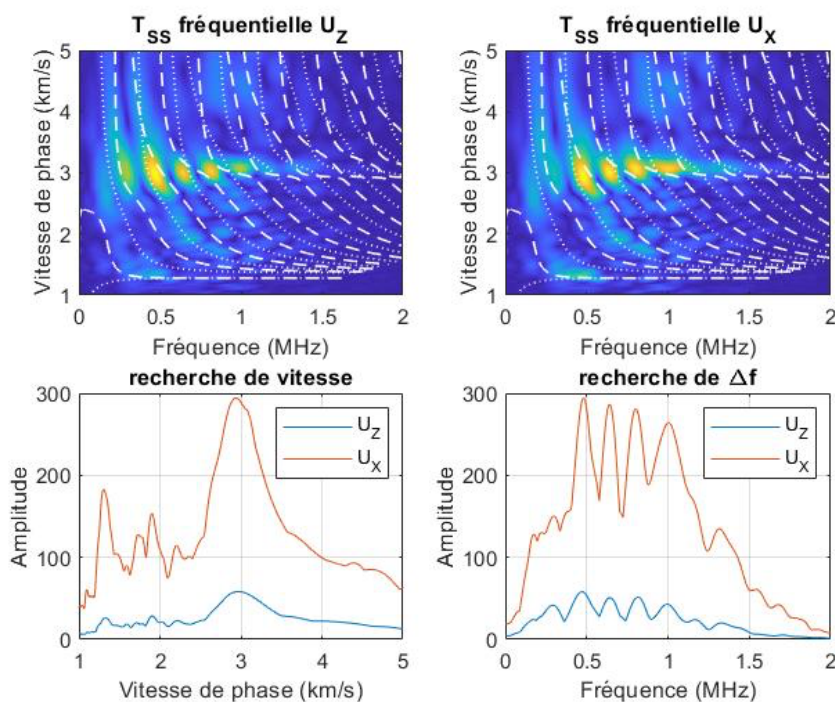


Figure III-40 : Superposition des courbes de dispersion théorique des modes de Lamb sur la transformée Slant-Stack fréquentielle de l'échantillon (G3 : Ind 1)

III.3.2.3 Synthèse sur l'os humain

L'os humain étudié ci-dessus propose l'épaisseur corticale la plus élevée de tous les échantillons d'os humain conditionnés en plaque. Cet échantillon permet alors d'une part de se rapprocher des conditions expérimentales des essais sur la plaque d'os bovin et d'autre part, d'isoler aisément les différents phénomènes vibratoires longitudinaux dans la représentation temporelle. Ainsi une estimation du Δt peut être faite dans la représentation spatiotemporelle.

Conformément à la plaque d'os bovin, deux ondes longitudinales peuvent être isolées temporellement et présentent deux vitesses légèrement différentes étant associées au mode L_0 et L_1 . L'interaction de ces deux modes non couplés permet de créer les premières interférences typiques des modes de plaque : une succession de minimums et de maximums autour de la vitesse de l'onde longitudinale. L'écart fréquentiel Δf entre deux maximums successifs est alors comparé à l'inverse du Δt mesuré ci-dessus.

Cependant certains points limitent l'étude de l'os humain, que ce soit l'échantillon présenté ci-dessus, ou les autres échantillons de DPM différents présentés ci-dessous. Premièrement, l'information de polarisation n'est pas accessible à cause du scotch réfléchissant : il semble, aux vues des résultats obtenus sur la plaque d'aluminium et de l'inversion de phase observée sur l'os humain entre les deux ondes longitudinales, que l'information vibratoire reçue par les têtes vibrométriques correspond à la vibration en X des ondes. Enfin l'onde de Rayleigh, générée et observée sur la plaque d'aluminium et la plaque d'os bovin n'a pas pu être identifiée sur l'os humain. Les représentations temporelles et fréquentielle du signal montrent certes de l'énergie aux vitesses attendues pour cette onde mais le rapport signal/bruit est faible et manque d'informations de polarisation.

Cette partie a présenté la capacité de la vibrométrie laser, associée aux traitements de signaux mis en place, à extraire des paramètres acoustiques de l'os humain. La partie suivante propose l'étude de l'évolution de ces paramètres en fonction du DPM.

III.3.3 Vers une méthode de datation osseuse par vibromètre laser

Malgré le manque d'information de polarisation sur l'échantillon humain, la vitesse de l'onde longitudinale pure a pu être mesurée grâce à l'association de la première onde longitudinale au mode L_1 , et celle de la deuxième onde longitudinale au mode L_0 . Pour l'étude, seules les deux premières ondes longitudinales ont été étudiées : conformément à la théorie et aux résultats sur la plaque d'aluminium et bovine dans cette direction, il existe pour ces deux ondes (en fonction de l'axe observé), soit un minimum local (si X observé), soit un maximum (si Z observé) à la vitesse du mode L_0 dans la représentation Slant-Stack fréquentielle.

Les vitesses de l'onde transversale pure et de l'onde de Rayleigh sont plus complexes à mesurer sur l'os humain puisque ces ondes chevauchent les ondes longitudinales et que le rapport signal/bruit est faible. De plus, l'identification de l'onde de Rayleigh par la visualisation de son ellipse est impossible sans informations de polarisation. Afin d'aider à la génération de l'onde de Rayleigh, il est possible d'utiliser un second type de transducteur, émettant des ondes de cisaillement.

L'étude de l'os est réalisée soit avec le transducteur en compression utilisé sur la plaque d'aluminium et la plaque bovine, soit avec un transducteur en cisaillement.

III.3.3.1 Émission en compression

Tout comme pour la plaque d'aluminium et la plaque bovine, il est possible d'étudier les différents échantillons humains à l'aide d'un transducteur en compression, générant des modes guidés d'ordres non nulles. Cependant la détection est moins aisée puisque les signaux sont plus bruités. Lors de la recherche de vitesses, réalisée par une somme de transformée Slant-Stack, cinq paramètres (V_T , V_R , $V_{L\ Max-}$, $V_{L\ Min\ loc}$ et $V_{L\ Max+}$) peuvent être retenus :

- En basses vitesses (entre ~ 1000 m/s et ~ 2000 m/s) les deux pics les plus énergétiques peuvent être comparés aux vitesses du mode T_0 (V_T), et de l'onde de Rayleigh (V_R).
- En haute vitesses (entre 2500 m/s et 4500 m/s), un minimum local (nommée ci-après $V_{L\ Min\ loc}$) peut être associé au mode L_0 (onde longitudinale réémise pour le mouvement en X). Ce minimum local est entouré de deux pics ($V_{L\ Max-}$ et $V_{L\ Max+}$), dont le plus élevé en vitesse ($V_{L\ Max+}$) peut être associé au mode L_1 (onde longitudinale directe pour le mouvement en X et en Z). $V_{L\ Max-}$ a une valeur anecdotique puisqu'elle n'est pas associée à un comportement modal singulier : elle implique seulement l'existence d'un minimum local.

Comme pour les études sur la plaque d'aluminium et sur l'os bovin, la transformée Slant-Stack associée à un masque permet d'isoler temporellement les phénomènes vibratoires issus directement du transducteur des autres phénomènes réémis par les interfaces de la plaque. Bien que l'épaisseur corticale des échantillons étudiés limite l'analyse fréquentielle – les événements longitudinaux étant trop proches temporellement entre eux pour paramétrer correctement le masque – les deux premiers pics en vitesse peuvent être isolés pour estimer les vitesses des ondes.

Les valeurs de vitesse de propagation des phénomènes vibratoires issus directement du transducteur, associées aux cinq paramètres présentés ci-dessus sont regroupées dans le Tableau III-4 : seul le paramètre $V_{L \text{ Max}}$ – n'est pas présenté puisque sa valeur n'influence aucun diagnostic.

	V_R	V_T	$V_{L \text{ MIN LOC}}$	$V_{L \text{ MAX +}}$
G1 : IND 1	1679 m/s	1960 m/s		4371 m/s
G1 : IND 3	1726 m/s	1936 m/s	3926 m/s	4418 m/s
G2 : IND 1	1679 m/s	1913 m/s		4114 m/s
G2 : IND 3	1726 m/s	1936 m/s	3833 m/s	4207 m/s
G3 : IND 1	1328 m/s	1468 m/s		3084 m/s
G3 : IND 2	1468 m/s	1656 m/s	3458 m/s	3645 m/s

Tableau III-4 : Mesures de vitesses associées aux phénomènes vibratoires issus directement du transducteur

Malgré le manque d'information de polarisation de mouvement, deux pics sont détectés en basses vitesses sur les six individus étudiés associés aux vitesses V_R et V_T . En haute vitesse, un pic est détecté pour chaque individu : conformément aux observations faites sur la plaque d'aluminium et la plaque d'os bovin, ce pic peut être associé au mode L_1 dont la vitesse est plus élevée que celle de l'onde longitudinale pure. Certains minimums locaux sont détectés (pour seulement trois individus) et peuvent dans un premier temps être associés aux vitesses de l'onde longitudinale pure, L_0 .

Après avoir isolé temporellement les phénomènes vibratoires issus du transducteur, un masque peut être appliqué à la transformée Slant-Stack pour isoler les phénomènes vibratoires réémis par les interfaces. Les valeurs de vitesse de propagation de ces phénomènes vibratoires associés aux cinq évènements présentés ci-dessus sont regroupées dans le Tableau III-5.

	V_R	V_T	V_L MIN LOC	V_L MAX +
G1 : IND 1	1679 m/s	1913 m/s	3786 m/s	4418 m/s
G1 : IND 3	1726 m/s	1960 m/s	3716 m/s	4184 m/s
G2 : IND 1	1726 m/s	1960 m/s	4043 m/s	4231 m/s
G2 : IND 3	1726 m/s	1936 m/s	3880 m/s	4184 m/s
G3 : IND 1	1281 m/s	1398 m/s		2896 m/s
G3 : IND 2		1726 m/s	3552 m/s	3763 m/s

Tableau III-5 : Mesures de vitesses associées aux phénomènes vibratoires réémis par l'interface

Tout comme l'étude des phénomènes issus du transducteur, deux pics sont détectés en basses vitesses et associés aux vitesses de l'onde transversale et de l'onde de Rayleigh : ces vitesses sont similaires aux vitesses mesurées ci-dessus. En hautes vitesses, un minimum local est détecté pour chaque individu et associé à la vitesse du mode L_0 sauf pour l'individu (G3 : Ind 1) : comme pour la partie résultat précédente traitant de cet os, le pic de vitesse a été associé à la vitesse du mode L_0 .

Du Tableau III-4 et Tableau III-5, il est alors possible de réaliser une moyenne des vitesses associées aux ondes transversale, longitudinale (L_0) et de Rayleigh. Bien que le nombre d'échantillons soit plus faible que le groupe étudié dans le chapitre II, la même tendance semble se dessiner : les individus de 1 à 13 ans ont des vitesses de propagation similaire dans une direction donnée ($[V_R, V_T, V_L] > [1679, 1937, 3786]$ m/s) alors que les individus de DPM supérieur à 50 ans ont des vitesses nettement inférieures ($[V_R, V_T, V_L] < [1468, 1691, 3505]$ m/s).

	V_R	V_T	V_L
G1 : IND 1	1679 m/s	1937 m/s	3786 m/s
G1 : IND 3	1726 m/s	1948 m/s	3821 m/s
G2 : IND 1	1703 m/s	1937 m/s	4043 m/s
G2 : IND 3	1726 m/s	1936 m/s	3857 m/s
G3 : IND 1	1188 m/s	1363 m/s	2896 m/s
G3 : IND 2	1468 m/s	1691 m/s	3505 m/s

Tableau III-6 : Vitesses retenues des ondes dans les échantillons osseux

Bien que ce diagnostic soit limité, dû à la mise en place actuelle du banc d'essai (découpe, scotch réfléchissant), les mesures de vitesse semblent montrer les mêmes tendances observées lors de l'analyse locale de l'os réalisée dans le chapitre II. La discussion commencera par comparer plus finement des vitesses obtenues dans les deux chapitres afin de questionner davantage les hypothèses de localisation évoquées plus haut dans ce chapitre avant de s'intéresser aux évolutions possibles du banc d'essai pour une étude plus poussée de l'os humain.

III.3.3.2 Émission en cisaillement

L'étude vibrométrique de l'os humain par une émission d'onde en compression permet certes la mesure de trois ondes distinctes – l'onde de Rayleigh, longitudinale et transversale. Cependant la proximité des ondes transversale et de Rayleigh rend leur séparation difficile. Il est possible alors de favoriser la génération de ces ondes grâce à un transducteur en cisaillement. Ce changement de transducteur limite cependant l'analyse des phénomènes modaux liés au *split off* autour de la vitesse de l'onde longitudinale.

La Figure III-41 présente les transformées Slant-Stack temporelle et fréquentielle des données issues de l'os (G1 : Ind 1) avec une émission en cisaillement. Sur ces images, on observe mieux la séparation des deux ondes ($V_R = 1680$ m/s, $V_T = 1970$ m/s).

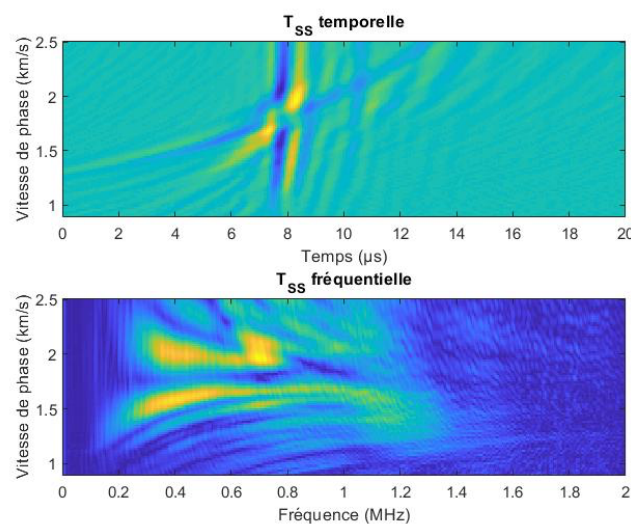


Figure III-41 : Transformée Slant-Stack temporelle et fréquentielle de l'os (G1 : Ind 1) avec l'usage d'un transducteur en cisaillement

La même démarche peut être faite pour les autres individus humains. Les résultats relatifs à ces mesures sont répertoriés dans le Tableau III-7. On remarque que les résultats sont proches des résultats obtenus avec le transducteur en compression : l'os (G1 : Ind 3) n'est pas présenté puisque la mesure n'a pas permis un diagnostic.

	V_R	V_T
G1 : IND 1	1680 m/s	1970 m/s
G2 : IND 1	1750 m/s	1950 m/s
G2 : IND 3	1790 m/s	2040 m/s
G3 : IND 1	1220 m/s	1330 m/s
G3 : IND 2	1420 m/s	1660 m/s

Tableau III-7 : Mesures de la vitesse des ondes de Rayleigh et transversale à l'aide d'un transducteur en cisaillement

La comparaison entre les résultats des deux transducteurs (Tableau III-6 et Tableau III-7) est alors possible. Le Tableau III-8 confirme la proximité des valeurs entre les deux transducteurs : l'erreur relative étant inférieure à 6 %.

	V_R	V_T
G1 : IND 1	1680 m/s ± 0,1 %	1954 m/s ± 1,7 %
G2 : IND 1	1725 m/s ± 2,6 %	1942 m/s ± 0,5 %
G2 : IND 3	1756 m/s ± 3,5 %	1988 m/s ± 5,4 %
G3 : IND 1	1204 m/s ± 2,7 %	1347 m/s ± 2,4 %
G3 : IND 2	1444 m/s ± 3,3 %	1676 m/s ± 1,8 %

Tableau III-8 : Comparaison des valeurs obtenues entre les deux transducteurs

Cette faible erreur tend à confirmer l'association des vitesses aux phénomènes observés. Il serait maintenant nécessaire de vérifier que les vitesses mesurées sont conformes aux valeurs obtenues et présentées dans le chapitre II.

III.4 DISCUSSION

Les résultats présentés dans ce chapitre ont montré que la génération et l'analyse d'ondes guidées dans l'os étaient possibles. L'étude fréquentielle sur l'os humain n'a pas été complètement réalisée pour plusieurs raisons qui seront discutées plus bas. Cependant les résultats sur l'os bovin – avec la polarisation du mouvement – et les résultats préliminaires sur les échantillons humains sont encourageants pour les études à venir.

La première partie de cette discussion propose de comparer les vitesses de phase mesurées sur les échantillons humains entre les chapitres II et III. Cette comparaison a pour but de questionner l'hypothèse d'homogénéité locale de l'os. La discussion s'orientera ensuite sur les limites du modèle avant de présenter les améliorations du banc d'essai pour une étude plus poussée de l'os avant de conclure sur une synthèse globale du chapitre.

III.4.1 Comparaison des mesures locales et globales sur les os humains

Les vitesses mesurées sur les échantillons humains peuvent être comparées aux valeurs des vitesses V_3 et V_4 mesurées dans le chapitre II : ces vitesses correspondant à l'onde longitudinale se propageant dans l'axe des fibres (Z) et de l'onde de cisaillement dans le plan d'intérêt de la plaque (XZ). La comparaison aux valeurs du chapitre II prises comme référence (Tableau III-9) est donnée en pourcentage par la formule suivante :

$$\alpha(\%) = \frac{\text{abs}(V_{ch2} - V_{ch3})}{V_{ch2}} \times 100 \quad (III-27)$$

La vitesse de l'onde de Rayleigh n'étant pas mesurée dans le chapitre II, aucune comparaison n'est effectuée pour cette vitesse.

	V_T (EN M/S)	V_L (EN M/S)
G1 : IND 1	1937 m/s ± 3,6 %	3786 m/s ± 1,9 %
G1 : IND 3	1948 m/s ± 2,7 %	3821 m/s ± 2,2 %
G2 : IND 1	1937 m/s ± 0,5 %	4043 m/s ± 2,4 %
G2 : IND 3	1936 m/s ± 4,0 %	3857 m/s ± 0,4 %
G3 : IND 1	1363 m/s ± 4,4 %	2896 m/s ± 0,5 %
G3 : IND 2	1691 m/s ± 3,8 %	3505 m/s ± 3,0 %
MOYENNE	± 3,2 %	± 1,7 %

Tableau III-9 : Synthèse des vitesses mesurées et comparées aux valeurs du chapitre II

Il est tout d'abord remarquable de noter la proximité entre les valeurs de vitesses du chapitre II et celles du chapitre III : l'erreur moyenne totale est de 2,5 % pour une erreur maximale de 4,4 %. Cette proximité tend à confirmer l'association des phénomènes vibratoires mis en évidence aux vitesses des ondes correspondantes et ce malgré le manque d'information sur la polarisation de mouvement.

Conformément aux conclusions du chapitre II, d'une part, les échantillons de DPM compris entre 1 et 13 ans ont des valeurs proches (masse volumique et trace de la matrice de rigidité), d'autre part, les échantillons de plus de 50 ans ont des vitesses significativement inférieures aux précédents groupes.

Cette proximité tend à montrer que l'hypothèse d'homogénéité locale peut être étendue le long de la corticale à une longueur de quelques centimètres. Si cette longueur n'est pas précise, elle permet de valider l'usage d'une hypothèse de modèle homogène sur des distances courtes.

Les échantillons de plus de 50 ans (G3) ont les écarts types les plus importants (4,4 % et 3,0 % en rouge dans le Tableau III-9). Bien que cette remarque ne puisse être complétée d'une étude statistique, il est possible que le DPM influe sur l'homogénéité locale de l'os.

III.4.2 Vers un modèle isotrope transverse

Il peut paraître contradictoire d'utiliser un modèle isotrope dans le chapitre III alors que le chapitre II suggère l'usage du modèle isotrope transverse pour l'os. Cependant, il est nécessaire de tenir compte de la mise en place du banc d'essai et des traitements de données appliqués. En effet, le point important de ce chapitre est la mesure de différents paramètres vibratoires ; l'usage du modèle isotrope se limite alors à comparer les valeurs mesurées et les valeurs théoriques sur le matériau de référence, la plaque d'aluminium. En cela, l'usage du modèle isotrope est sensé : la différence entre les valeurs mesurées et estimées par la théorie est inférieure à 6 % (cf. III.2.2.3 pour les paramètres V_T , V_R , Δt et Δf).

Cependant, dans le cas de l'os, complexifier le modèle pour s'approcher des conditions réelles nécessiterait de mesurer des paramètres supplémentaires. Dans notre cas, et comme présenté dans la partie ci-dessus, les vitesses mesurées sont relatives aux caractéristiques mécaniques dans l'axe Z ou dans le plan XZ (ou YZ). Compte tenu de la symétrie de la matrice de rigidité du modèle isotrope transverse, il serait nécessaire de mesurer des paramètres relatifs à l'axe X (ou Y) et/ou au plan XY pour pouvoir appliquer le modèle isotrope transverse. Autrement dit, il serait nécessaire de mesurer des paramètres relatifs à ce qui se passe à

l'intérieur de la plaque. Or, si plusieurs paramètres mesurés tiennent compte des propriétés à l'intérieur de la plaque, les mesures vibrométriques ne permettent d'avoir accès qu'à la vibration à la surface. Les parties suivantes présentent les paramètres mesurés ayant des valeurs éloignées des attentes théoriques du modèle isotrope, afin d'identifier les paramètres susceptibles d'informer sur l'anisotropie du matériau.

III.4.2.1 Lien entre l'épaisseur et Δt

Comme précisé plus haut, la mesure du Δt et Δf permettent l'étude des phénomènes modaux guidés par la plaque et donc de ces caractéristiques internes. En effet, les réémissions longitudinales appelées *split off* proviennent des allers-retours de l'onde transversale dans la plaque, contrairement aux ondes longitudinales et de Rayleigh se propageant à la surface. Les mesures ont par ailleurs montré que les Δt et Δf mesurés étaient cohérents entre eux (13 % d'erreur dans le cas de l'os).

Le modèle théorique choisi permet d'estimer les Δt à partir des vitesses des ondes dans la plaque et de son épaisseur. Il est alors possible de comparer d'une part, les Δt mesurées et leurs estimations à partir des vitesses et d'autre part, les épaisseurs mesurées et estimées. Dans un premier temps, la comparaison des Δt mesurés et estimés est présentée dans le Tableau III-10.

	Δt théorique	Δt mesuré	Erreur
Aluminium	2,67 μs	2,70 μs	1,1 %
Bovin	2,28 μs	2,18 μs	4,3 %
G3 : Ind 1	3,69 μs	5,04 μs	26,8 %

Tableau III-10 : Comparaison des Δt mesurés et théoriques du modèle isotrope

On remarque d'abord que les estimations et les mesures sur la plaque d'aluminium sont cohérentes entre elles avec une erreur de 1,1 % confirmant la justesse du modèle isotrope pour caractériser la plaque. Cette erreur augmente légèrement pour l'os bovin (4,3 %) et d'avantage encore pour l'os humain (26,8 %). Il est nécessaire de rappeler que la vitesse de l'onde transversale dans le cas de l'os bovin a été approchée par une estimation du modèle isotrope, modèle inadapté à l'os humain. Cette estimation pourrait expliquer l'erreur plus faible entre la théorie et la mesure du Δt .

Il est aussi possible, à partir des mesures des Δt , d'estimer l'épaisseur de la plaque. Dans le cas de l'os, cette estimation peut être utile. En effet, si le conditionnement présenté dans ce chapitre sous-entend des plaques d'os dont l'épaisseur est maîtrisée, il est d'une part possible, avec l'évolution de la porosité dans la corticale, que l'épaisseur prise en compte par les ultrasons soit différente. D'autre part, si se dispenser de conditionnement lourd est une perspective, cette mesure permettrait d'estimer localement une épaisseur non maîtrisée. Le Tableau III-11 présente les mesures et estimation des épaisseurs dans les trois plaques étudiées ci-dessus. On retrouve des différences proches de celles observées pour la comparaison des Δt mesurés et estimés.

	h mesuré	h théorique	Erreur
Aluminium	9,65 mm	9,40 mm	2,6 %
Bovin	5,00 mm	4,80 mm	4,4 %
G3 : Ind 1	5,70 mm	7,80 mm	26,9 %

Tableau III-11 : comparaison des épaisseurs H mesurée et théorique

La différence pour l'os humain entre la mesure et l'estimation de l'épaisseur et du Δt peut être significative de l'anisotropie transverse de l'os. Il serait alors intéressant, soit de faire évoluer le modèle pour améliorer la relation entre la mesure et l'estimation, soit à partir de cette différence, donner un pourcentage d'anisotropie. Cependant, les résultats sur l'os bovin et humain ont montré que les ondes longitudinales étudiées indépendamment pouvaient résulter d'une superposition de modes (L_0 et L_1). Cette superposition limite l'association à un mode non couplé pur et l'étude de l'interférence des modes non couplés entre eux provoquant les phénomènes d'ondes guidées étudiées dans ce chapitre.

III.4.2.2 Interprétation du rapport $|H/V|$

De manière générale, bien que les résultats sur la plaque d'aluminium et l'os bovin soient encourageants, l'onde de Rayleigh et sa caractérisation dans l'os humain n'ont pas donné de résultats exploitables. Or, le rapport $|H/V|$ peut être attaché théoriquement au coefficient de Poisson, et aux vitesses des ondes dans le matériau : soit des paramètres dont les estimations provenant du modèle isotrope montrent des limites quant à leurs applications dans le cas de l'os. Ce rapport pourrait alors informer, tout comme les rapports de vitesses, sur l'anisotropie de l'os. Le modèle pourrait évoluer pour tenir compte de l'anisotropie transverse ou, plus générale encore, de l'orthotropie de l'os [24][15].

Il est possible à partir des équations (III-26) de donner deux estimations de ce rapport à partir des vitesses V_T et V_R (noté $|H/V|_{Th 1}$) ou des vitesses V_T , V_R et V_L (noté $|H/V|_{Th 2}$). Par ailleurs, une dernière estimation (noté $|H/V|_{\text{corrigé}}$) peut se faire en utilisant les deux équations

et en laissant comme inconnue V_T , la vitesse la moins facile à mesurer à la surface de la plaque. Les valeurs de V_T Tableau III-12 présentent ces estimations pour les individus humains et pour la plaque d'aluminium comme élément de comparaison :

	$ H/V _{TH1}$	$ H/V _{TH2}$	$ H/V _{CORRIGE}$
ALUMINIUM	0,49	0,60	0,64
G1 : IND 1	0,80	0,70	0,63
G1 : IND 3	0,76	0,68	0,63
G2 : IND 1	0,78	0,68	0,62
G2 : IND 3	0,75	0,68	0,63
G3 : IND 1	0,79	0,68	0,61
G3 : IND 2	0,80	0,69	0,62

Tableau III-12 : Estimation des rapports H/V à partir des vitesses dans l'os

Malgré l'hypothèse d'isotropie de la plaque d'aluminium, les deux estimations du rapport sont bien différentes (0,49 et 0,60), par ailleurs inférieur à l'estimation corrigée. Pour rappel, la mesure du rapport de l'ellipse – uniquement possible sur l'aluminium compte tenu du rapport signal/bruit sur la plaque bovine – propose une valeur de 0,66. Dans le cas de la plaque d'aluminium, les approches théoriques ont permis d'identifier l'onde de Rayleigh et l'onde longitudinale par différents événements, et ainsi une bonne mesure de vitesses. Cependant l'onde transversale n'est qu'identifiée par un pic d'énergie au-dessus de la vitesse de l'onde de Rayleigh. Des doutes peuvent alors persister sur l'estimation de la vitesse V_T : celle-ci pouvant notamment être influencée par l'angle de réémission de cette onde dans la plaque.

Les estimations de ces rapports pour les échantillons humains montrent des résultats variant peu (de 0,75 à 0,80 pour le premier et de 0,68 à 0,70 pour le deuxième), même si supérieurs à leurs estimations corrigées. Il est nécessaire de questionner d'une part l'invariance de ce paramètre – notamment parce que les vitesses, elles, évoluent – et d'autre part la différence d'observation faite avec la plaque d'aluminium.

Il semble que le rapport des vitesses entre elles soit en première approche stable dans le temps dans le cas de l'os. Il est cependant à préciser que les échantillons présentés ici sont voulus similaires (porosité, masse volumique équivalente) : ce paramètre $|H/V|$ n'est pas influencé par le DPM et les différences intrinsèques aux individus. Il serait nécessaire de voir si les conditions de conservation (température, immersion, humidité) altèrent ce paramètre qui pourrait alors servir de référence pour l'os et ce peu importe le DPM.

Le fait que l'estimation de $|H/V|$ corrigée dans l'os soit plus faible que l'estimation à partir des mesures, et ce, contrairement à la plaque d'aluminium, peut informer sur l'anisotropie de l'os. En effet, pour l'aluminium, le facteur correctif surévalue V_T par rapport à sa valeur

mesurée, alors que V_T est sous-évaluée dans le cas de l'os. Cette différence pourra être creusée dans des futurs travaux, en étant approchée théoriquement, pour comprendre comment cet écart avec le modèle isotrope peut être source d'informations.

III.4.3 Perspectives liées au banc de mesure

Dans le travail présenté dans ce manuscrit, plusieurs points ont limité l'étude des échantillons humains. Si certains peuvent être attribués au conditionnement de l'os, d'autres peuvent être associés au banc d'essai. Ainsi, de nombreuses études ont récemment traitées des courbes de dispersion de modes guidés dans l'os ([25][26][27][28][29][30][31]) et suggèrent que certains réglages pourraient permettre d'obtenir des résultats plus complets. Bien que plusieurs études soient réalisées sur des fantômes d'os "vivants" (bicouche peau/os), les traitements de données utilisés sont proches de ceux développés ici.

Le problème de polarisation pourrait être résolu en remplaçant le scotch réfléchissant appliqué sur l'échantillon. Si la résolution de ce problème tient en une ligne, elle demande une nouvelle campagne de mesure avec une bonne calibration au départ. Un vibromètre laser IR à balayage pourrait être utilisé et permettre une meilleure détection des ondes et gagnant sur le retour lumineux du laser à la surface de l'os et améliorer ainsi le rapport signal/bruit. L'acquisition de cette instrumentation est maintenant faite au laboratoire SATIE : les futurs travaux montreront sans aucun doute la capacité d'un tel appareil à suivre la propagation des ondes dans les os et participer en conséquence au suivi de leur dégradation.

Le traitement de données proposé dans ce chapitre propose au départ de séparer les phénomènes vibratoires temporellement. Ce choix implique cependant un espacement suffisant entre les phénomènes pour une bonne séparation, ce qui dépend principalement de l'épaisseur corticale. Or les études d'ondes guidées sur l'os sont rarement sur des échantillons de plus de 5 mm d'épaisseur [25][31] et, même à ces épaisseurs, les phénomènes ne sont alors pas suffisamment espacés les uns des autres. Cependant, l'usage du masque peut permettre d'étudier l'aspect transitoire de l'onde guidée sans être altéré par les multiples réflexions. Si l'épaisseur doit être inférieure à 5 mm, il pourrait être intéressant d'étudier un mode en particulier, les différents modes étant très espacés fréquentiellement pour une épaisseur fine. La sélection du mode pourrait être réalisée à l'aide d'un sabot donnant un angle à l'émission ultrasonore [29].

III.5 Synthèse

Les conclusions du chapitre II ont permis de montrer que l'évolution des paramètres mécaniques de l'os était significative avec l'évolution du DPM. Ces conclusions ont été faites sur une étude locale de l'os. En complément, le chapitre III a proposé l'étude des signatures acoustiques des os, et l'extraction de certains paramètres caractéristiques de la propagation des ondes ultrasonores dans ces matériaux complexes sur une longue zone de la corticale : elle tend alors vers une étude globale de l'os. Ces paramètres mécaniques sont fonction, d'une part, de l'os en tant que matériau et d'autre part, de sa géométrie : les ondes se propageant sont donc guidées par les interfaces de l'os.

Le modèle théorique des ondes guidées utilisé est simple : les hypothèses d'homogénéité et de comportement isotrope sont retenues. Sur un cas simple (plaque d'aluminium considérée semi-infinie en Y), ce modèle a permis de valider le banc d'expérience mis en place, composé notamment d'un vibromètre 3D, mais aussi la méthodologie d'extraction des grandeurs caractéristiques par les traitements de signaux développés. Il est alors possible d'étudier séparément les différents phénomènes vibratoires issus directement du transducteur ou ceux réémis par les frontières géométriques de la plaque : l'identification des modes non couplés est possible pour chaque phénomène ainsi que l'identification des modes de Lamb lors de l'étude globale. Il est intéressant de voir que l'étude du régime transitoire des ondes guidées (seulement quelques *split off*) permet d'estimer précisément les paramètres de la plaque.

L'étude réalisée sur l'os bovin est une première approche vers une étude vibrométrique de l'os humain. L'os bovin étant plus volumineux que l'os humain, le conditionnement en plaque est plus aisé permettant notamment de conserver l'hypothèse d'une plaque semi-infinie en Y à l'échelle d'investigation. Bien que le modèle utilisé ne corresponde pas parfaitement au comportement mécanique de l'os, les éléments théoriques permettent d'estimer correctement les paramètres mécaniques de l'os et d'identifier les différents phénomènes vibratoires associés à différentes ondes guidées. Cependant, si l'estimation des vitesses de propagation reste de qualité, l'adéquation entre les résultats mesurés et les valeurs théoriques est moins bonne pour les paramètres liés à la propagation des ondes guidées (Δt , Δf , $|H/V|$). On peut penser que le modèle isotope touche ici ses limites, et qu'un passage à un modèle isotrope transverse améliorerait la compréhension.

L'étude de l'os humain par vibrométrie est impactée par le manque d'informations de polarisation, un rapport signal/bruit plus faible et un manque d'homogénéité dans le conditionnement des différents échantillons. Si l'étude de l'onde de Rayleigh n'a pas pu être réalisée en totalité (mesure du rapport $|H/V|$ est impossible sans information de polarisation), les paramètres Δt et Δf ont pu être estimés et sont cohérents entre eux, permettant d'identifier les premiers signes d'un comportement d'ondes guidées. Cependant, et comme pour l'os bovin, certaines ondes observées semblent résulter d'une superposition de modes (L_0 et L_1). Il est possible qu'une épaisseur insuffisante limite l'excitation de modes supérieurs (L_1) pour une émission à 1 MHz. Cependant cette superposition altère l'étude des phénomènes d'ondes guidées et la mesure des paramètres en résultant.

Pour finir, l'étude de l'impact du délai *post mortem* sur les paramètres mécaniques de l'os humain a été réalisée sans pouvoir suivre l'intégralité des paramètres identifiés sur la plaque d'aluminium et sur l'os bovin. Cependant les vitesses estimées à partir de l'étude des phénomènes vibratoires isolés sont conformes aux valeurs trouvées dans le chapitre II pour les vitesses dans l'axe de propagation Z et le plan correspondant OXZ. Ces remarques tendent à montrer d'une part, que pour des échantillons maîtrisés (porosité moyenne, dimensions suffisamment importantes) la mesure vibrométrique permet d'obtenir des estimations compatibles avec leurs valeurs mesurées localement et d'autre part, que l'évolution mécanique liée au DPM est mesurable, comme cela a été mis en valeur dans le chapitre II. Les études menées à 1 MHz montrent que l'hypothèse d'homogénéité locale peut alors être étendue à une plus grande zone : l'os cortical, dans sa zone la plus dense, peut être considéré homogène pour une échelle d'investigation de l'ordre de la longueur d'onde.

Bien qu'une nouvelle campagne de mesure soit nécessaire pour obtenir les informations de polarisation et ainsi étudier plus en profondeur les ondes guidées dans l'os, certains paramètres suggèrent la possibilité et l'intérêt d'appliquer un modèle plus complexe que celui retenu pour la plaque d'aluminium. En effet, les estimations du rapport $|H/V|$ des échantillons humains montrent d'une part, des différences singulières avec la plaque d'aluminium et d'autre part, une bonne régularité entre eux. Ces rapports suggèrent des rapports constants entre les vitesses dans l'os indépendamment du DPM. Il est probable que cette constance soit due au caractère comparable de notre groupe d'individus (porosité et masse volumique semblables). Si un paramètre extérieur associé à l'individu ou à la conservation influe sur ce rapport $|H/V|$, il pourrait alors servir de paramètre contrôle lors d'une datation préliminaire par vibrométrie laser.

Le Δf et Δt pourrait aussi permettre d'affiner le modèle et servir de paramètre de contrôle. Les mesures du Δt et Δf dans l'os bovin et humain ont montré des résultats similaires entre eux compte tenu de la qualité des données (4 % pour la plaque bovine et 13 % pour la plaque humaine). Il est important de rappeler que le manque d'information de polarisation limite grandement la précision des mesures dans le plan fréquentiel et que cette différence est susceptible de diminuer lors de mesures futures. Ce paramètre, mesurable par deux événements, pourra informer sur le comportement au sein de la plaque et ainsi informer sur les composantes transversales de l'isotropie de l'os. Cependant il sera nécessaire de veiller à ce que les modes non couplés stimulés soient purs pour assurer la bonne compréhension des phénomènes d'interférence.

Contrairement aux résultats locaux montrés dans le chapitre II pour lesquels l'incertitude de mesure était essentiellement due à l'opérateur et peu au conditionnement des échantillons, l'étude globale menée au chapitre III montre une dépendance importante de la mesure au conditionnement de l'os avec en revanche une répétabilité intéressante de la mesure par l'instrumentation laser. Une autre différence notable entre les deux approches locale et globale, est le fait de mesurer beaucoup de paramètres un à un (mesure locale – chapitre II) ou d'extraire les paramètres à partir d'une mesure unique (mesure globale – chapitre III).

Si la mesure vibrométrique permet de limiter l'influence de l'opérateur sur la mesure par rapport à celles réalisées dans le chapitre II, le conditionnement – dans le cas présent, en plaque – impacte davantage la mesure. La perspective de ce chapitre serait de se passer complètement du conditionnement en assurant la génération des ondes dans l'échantillon par thermoélasticité en utilisant un laser de puissance. La mesure vibrométrique pourrait alors servir d'étude préliminaire avant tout conditionnement : en fonction des vitesses mesurées, il sera possible d'émettre une première hypothèse quant au DPM de l'échantillon, et de juger la nécessité de réaliser des études plus poussées, qu'elles soient mécaniques comme pour le chapitre II ou organo-minérales comme actuellement utilisées pour la datation *post mortem*.

Références

- [1] O. Xeridat, "Etude expérimentale de la propagation, de la diffusion et de la localisation des ondes de Lamb," 2011.
- [2] E. B. Ndiaye, "Contrôle santé de structures sandwichs composites, caractérisation et évaluation non destructives de l'adhésion et du vieillissement - Simulations par éléments finis et expérimentation par mesure d'impédance et par ultrasons multiéléments.," 2014.
- [3] J. Krautkrämer and H. Krautkrämer, *Ultrasonic testing of materials*. Springer Science & Business Media, 1990.
- [4] D. W. Greve, P. Zheng, and I. J. Oppenheim, "The transition from Lamb waves to longitudinal waves in plates," *Smart Mater. Struct.*, vol. 17, no. 3, p. 035029, Jun. 2008.
- [5] C. Potel and M. Bruneau, "Acoustique générale: équations différentielles et intégrales, solutions en milieux fluides et solides, applications," p. 349, 2006.
- [6] D. Royer, D. Clorenec, and Claire Prada, "Caractérisation de plaques et de tubes par modes de Lamb à vitesse de groupe nulle," *Instrum. Mes. Métrologie*, vol. 10, no. 1-2, pp. 73-94, 2010.
- [7] I. A. Veres, T. Berer, C. Grünsteidl, and P. Burgholzer, "On the crossing points of the Lamb modes and the maxima and minima of displacements observed at the surface," *Ultrasonics*, vol. 54, no. 3, pp. 759-762, 2014.
- [8] H. Lamb, "On waves in an elastic plate," *Proc. R. Soc. London. Ser. A, Contain. Pap. a Math. Phys. Character*, vol. 93, no. 648, pp. 114-128, Mar. 1917.
- [9] J. Krautkrämer and H. Krautkrämer, *Ultrasonic Testing of Materials*, vol. 25, no. 8. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 1990.
- [10] D. W. Greve, P. Zheng, and I. J. Oppenheim, "The transition from Lamb waves to longitudinal waves in plates," *Smart Mater. Struct.*, vol. 17, no. 3, pp. 2-12, 2008.
- [11] J. L. Rose, *Ultrasonic guided waves in solid media*, vol. 9781107048. 2014.
- [12] D. Royer and E. Dieulesaint, *Ondes élastiques dans les solides - Tome 1 : Propagation libre et guidée*. 2000.
- [13] S. Brule, S. Enoch, and S. Guenneau, "Experimental evidence of auxetic features in seismic metamaterials: Ellipticity of seismic Rayleigh waves for subsurface architected ground with holes," 2018.
- [14] M. Hobiger, "Polarization of surface waves : Characterization , inversion and application to seismic hazard assessment," 2011.
- [15] P. G. Malischewsky and F. Scherbaum, "Love's formula and H/V-ratio (ellipticity) of Rayleigh waves," *Wave Motion*, vol. 40, no. 1, pp. 57-67, 2004.
- [16] P. G. Malischewsky and F. Scherbaum, "Love's formula and H/V-ratio (ellipticity) of Rayleigh waves," *Wave Motion*, vol. 40, no. 1, pp. 57-67, Jun. 2004.
- [17] A. R. Selfridge, "Isotropic Materials," in *Encyclopedia of Thermal Stresses*, no. 3, Dordrecht: Springer Netherlands, 2014, pp. 2585-2585.
- [18] M. Guinchard *et al.*, "Experimental Modal Analysis of Lightweight Structures used in Particle Detectors: Optical non-contact Method,," *JACoW Publ. IPAC2018, Vancouver, BC, Canada*, pp. 7-9, 2018.
- [19] R. Marks, A. Clarke, C. Featherston, C. Paget, and R. Pullin, "Lamb wave interaction with adhesively bonded stiffeners and disbonds using 3D vibrometry," *Appl. Sci.*,

- vol. 6, no. 1, 2016.
- [20] M. Ratssepp *et al.*, “Application of orthogonality-relation for the separation of Lamb modes at a plate edge: Numerical and experimental predictions,” *Ultrasonics*, vol. 57, no. C, pp. 90–95, 2015.
 - [21] G. McMechan and M. Yedlin, “Analysis of dispersive waves by wave field transformation,” *Geophysics*, vol. 46, pp. 869–874, 1981.
 - [22] L. Ambrozinski, B. Piwakowski, T. Stepinski, and T. Uhl, “Evaluation of dispersion characteristics of multimodal guided waves using slant stack transform,” *NDT E Int.*, vol. 68, pp. 88–97, 2014.
 - [23] D. Royer and D. Clorenec, “An improved approximation for the Rayleigh wave equation,” *Ultrasonics*, vol. 46, no. 1, pp. 23–24, 2007.
 - [24] P. C. Vinh *et al.*, “Exact formula for the horizontal-to-vertical displacement ratio of Rayleigh waves in layered orthotropic half-spaces,” *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 146, no. 2, pp. 1279–1289, 2019.
 - [25] J. G. Minonzio *et al.*, “Bone cortical thickness and porosity assessment using ultrasound guided waves: An ex vivo validation study,” *Bone*, vol. 116, no. June, pp. 111–119, 2018.
 - [26] N. Bochud, Q. Vallet, Y. Bala, H. Follet, J. G. Minonzio, and P. Laugier, “Genetic algorithms-based inversion of multimode guided waves for cortical bone characterization,” *Phys. Med. Biol.*, vol. 61, no. 19, pp. 6953–6974, 2016.
 - [27] K. Kassou, Y. Remram, P. Laugier, and J. G. Minonzio, “Dispersion characteristics of the flexural wave assessed using low frequency (50–150 kHz) point-contact transducers: A feasibility study on bone-mimicking phantoms,” *Ultrasonics*, vol. 81, pp. 1–9, 2017.
 - [28] K. Xu, J. G. Minonzio, D. Ta, B. Hu, W. Wang, and P. Laugier, “Sparse SVD Method for High-Resolution Extraction of the Dispersion Curves of Ultrasonic Guided Waves,” *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control*, vol. 63, no. 10, pp. 1514–1524, 2016.
 - [29] L. Bai, K. Xu, D. Li, D. Ta, L. H. Le, and W. Wang, “Fatigue evaluation of long cortical bone using ultrasonic guided waves,” *J. Biomech.*, vol. 77, pp. 83–90, 2018.
 - [30] N. Bochud, Q. Vallet, J. G. Minonzio, and P. Laugier, “Predicting bone strength with ultrasonic guided waves,” *Sci. Rep.*, vol. 7, no. September 2016, pp. 1–14, 2017.
 - [31] J.-G. Minonzio *et al.*, “A free plate model can predict guided modes propagating in tubular bone-mimicking phantoms,” *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 137, no. 1, pp. EL98–EL104, 2015.

Conclusion

Le sujet de recherche global développé dans ce manuscrit, s'intègre dans une démarche d'amélioration des diagnostics osseux. En effet, lors d'une découverte de restes osseux, la datation permet de situer le délai *post mortem* (DPM) de la victime par rapport au délai de prescription, conditionnant alors la poursuite ou non de l'enquête. L'os, sa structure, sa composition et son évolution *post mortem* dépend de nombreux facteurs liés à la fois à l'individu, mais aussi à son environnement. Ces variations individuelles rendent difficiles la datation.

Les méthodes de diagnostics aujourd'hui développées ou à l'étude proposent différentes approches scientifiques : elles permettent de caractériser l'évolution de l'os au niveau chimique, organique, minéral ou structurel. Cette diversité de méthode montre le besoin d'une approche multi physique de l'os pour comprendre la diagenèse de l'os. En effet, l'évolution *post mortem* de l'os est un processus long et complexe et chaque méthode instrumentale a une efficacité différente pour une gamme de DPM donnée. De nombreuses études ayant montré l'intérêt des ultrasons pour le diagnostic osseux dans le domaine médical, l'objectif de ce travail est d'évaluer la capacité des signatures ultrasonores de l'os à suivre son évolution *post mortem* en vue d'informer sur le DPM.

Bien que l'os évolue perpétuellement après la mort, permettant aussi des diagnostics archéologiques, la gamme de DPM d'intérêt dans un contexte médico-légal est de 1 à 50 ans. Avant 1 an, la décomposition du corps n'est pas achevée ne laissant que peu de doute quant à l'intérêt d'ouvrir une enquête. De nombreuses études présentées dans le chapitre I permettent de savoir si l'os a un DPM inférieur (ou supérieur) à un âge donné : des études retenues dans le chapitre I, ce délai limite est compris entre 50 et 80 ans. Les échantillons étudiés dans ce manuscrit se sont répartis selon quatre groupes de DPM d'intérêt. Le premier regroupe des individus de DPM de 1 à 3 ans : ces DPM correspondent aux échantillons osseux étudiés dans le domaine médical et permettant la comparaison entre la littérature et nos résultats. Le second regroupe des individus de DPM de 10 à 13 ans : ces délais sont proches du délai de prescription.

Le troisième regroupe des individus d'environ 50 ans : à partir de cet âge, d'autres méthodes sont capables d'évaluer le DPM. Enfin, un dernier groupe est composé d'individus archéologiques, de DPM supérieur à 500 ans : à ces âges la diagenèse de l'os est très avancée et les différences avec les os « jeunes » doivent être significatives. L'étude par groupe de DPM permet de donner des caractéristiques moyennes de l'os pour un DPM donné et ainsi de limiter l'influence des différences intrinsèques entre individus.

Le deuxième chapitre de ce manuscrit s'est intéressé à la caractérisation mécanique de ces quatre groupes en utilisant des bancs d'essai déjà utilisés pour la caractérisation osseuse dans le domaine médical. Ces bancs d'essais ont permis le suivi de huit paramètres : les six coefficients diagonaux de la matrice de rigidité, la masse volumique et le pourcentage de porosité. Ces coefficients permettent de questionner l'anisotropie de l'os et de juger son homogénéité locale. La masse volumique obtenue par densitométrie et le taux de porosité obtenue par tomographie X permettent quant à eux de juger de la comparabilité des échantillons entre eux. Avant de réfléchir à une méthode de datation universelle pour tout type de conservation de l'os, cette étude a proposé un diagnostic sur des échantillons semblables : les échantillons étudiés ont une porosité médiane de 5,8 % (écart maximal de 2,1 %) et une masse volumique moyenne de 1,86 g/cm³ (écart type de 4,9 %).

Les résultats de ce chapitre ont montré que l'évolution mécanique de l'os n'est pas linéaire dans le temps *post mortem*. En effet, l'évolution des coefficients diagonaux – que l'on peut approcher par la Trace de la matrice – ne permet pas de distinction entre des individus de DPM de moins de 13 ans, en tenant compte également des études médicales dans la littérature, dont les résultats peuvent être associés à des DPM inférieurs à 3 ans. Ce groupe de moins de 13 ans propose des valeurs de Trace comprises entre 80 GPa et 105 GPa. La même remarque peut être formulée pour les individus de plus de 50 ans, laissant suggérer existence d'un état mécanique stable après un certain DPM : la Trace de ce groupe a une valeur comprise entre 35 GPa et 70 GPa. La différence entre ces deux états – avant 13 ans, après 50 ans – est quant à elle significative. L'intérêt d'un diagnostic ultrasonore pour la gamme d'âge du contexte médico-légal est alors confirmé. Des études futures pourraient se concentrer sur une gamme de DPM plus restreinte de 13 à 50 ans afin de mieux comprendre cette évolution et juger de la précision d'une future méthode de datation à vocation anthropologique.

L'étude du modèle d'anisotropie a été réalisée par le suivi des rapports C_{11}/C_{22} et C_{33}/C_{44} . Ces deux rapports ont montré des valeurs proches de 1 confirmant l'usage du modèle isotrope transverse pour l'étude de l'os humain. Cependant, les individus de DPM supérieur à 50 ans

montrent des écarts types entre les différents échantillons pouvant aller jusqu'à 20 %. Il serait nécessaire de voir pour ces individus « anciens » au sens médico-légal si ce manque de répétabilité est dû à une modification du modèle ou si des perturbations locales (des fissures par exemple) altèrent la mesure.

Bien que les résultats montrent une évolution, il semble que la validité des mesures puisse dépendre de leurs localisations. En effet, les mesures sur les échantillons les plus poreux ont montré que le placement du transducteur dans la corticale pouvait faire varier le résultat. L'os de DPM 11 ans, considéré comme isotrope transverse par les résultats rappelés ci-dessus, montre des rapports C_{11}/C_{22} pouvant varier de 0,76 à 0,91 en fonction de l'emplacement du transducteur. Un autre échantillon du même individu, considéré moins poreux que le précédent, présente un rapport de 1,01 soit une valeur attendue pour un os de ce DPM. L'influence de la porosité sur la mesure est donc non négligeable et peut amener des erreurs de diagnostic. Ce paramètre devra être étudié dans de futurs travaux et suivi minutieusement.

La masse volumique, initialement considérée comme stable entre les individus, est liée au calcul des coefficients diagonaux mesurés dans ce chapitre. Bien que ces coefficients évoluent de manière significative, la masse volumique n'a pas permis de distinction entre les groupes. Si cette remarque suggère la possibilité de voir uniquement l'évolution mécanique en fonction du DPM par le suivi des vitesses de propagation des ondes dans l'os, ce paramètre supplémentaire peut informer sur la capacité de l'os à proposer des valeurs de vitesse élevées. En effet, pour les individus de 1 à 13 ans, l'ordre des valeurs de vitesse en fonction du DPM est proche de l'ordre des valeurs de masse volumique. Cette remarque n'est pas vraie pour les individus de plus de 50 ans suggérant des modifications structurelles en plus des modifications massiques.

En conclusion ce chapitre montre que, pour des échantillons d'os cortical de porosité et de masse volumique équivalente, les rapports d'anisotropie confirment l'usage et le maintien du modèle isotrope transverse dans le temps. Cependant les coefficients diagonaux évoluent de manière significative entre 13 et 50 ans. La proximité des mesures sur plusieurs échantillons d'un même individu montre que l'os peut être considéré homogène localement.

Ce deuxième chapitre, s'il montre des résultats encourageants, propose une méthode de caractérisation relativement chronophage. En effet, chaque coefficient est mesuré séparément, avec des bancs d'essais différents (transducteur différent en immersion et en contact) et demande donc une présence humaine durant toute la caractérisation. A cela s'ajoute le

conditionnement préalable des échantillons, dont la découpe lente nécessite des précautions. C'est donc dans l'optique d'atténuer le biais humain et d'accélérer les mesures que la méthode vibrométrique a été pensée.

Le troisième chapitre de ce manuscrit propose la mise en place d'un banc d'essai permettant une mesure ultrasonore plus rapide et moins dépendante de l'utilisateur. Les avantages de la vibrométrie laser pour le suivi d'ondes dans l'os sont multiples : une mesure unique pouvant se faire sans conditionnement de l'os, et permettant une évaluation de son état sur une plus large zone que les études locales. Cependant, cette méthode demande un traitement de signal plus poussé que pour les mesures de temps de vol réalisées dans le chapitre II. La méthode de diagnostic mécanique réalisée dans ce chapitre a d'abord été réalisée sur une plaque d'aluminium afin de comparer les données à un modèle mécanique simple pour valider les traitements de signaux mis en place.

Cette phase préparatoire a permis une bonne compréhension des phénomènes vibratoires au sein d'une plaque, et ainsi une bonne estimation de paramètres cohérents entre eux et avec la théorie. Le point fort de cette étude est la possibilité d'estimer un paramètre mécanique à partir de différents événements temporels ou fréquentiels : l'onde longitudinale par l'étude des *split off*, l'onde de Rayleigh par le rapport $|H/V|$, les phénomènes modaux par Δt et Δf . Cette séparation temporelle a été réalisée par une transformée Slant-Stack : elle permet de séparer les événements vibratoires ayant des vitesses de phase différentes et de séparer temporellement les événements ayant la même vitesse. A partir de cette transformée, un masque a été utilisé pour l'étude isolée des événements : l'étude fréquentielle de chaque événement permet d'associer le phénomène vibratoire à des modes guidés, couplé ou non entre eux. Le lien fort entre la théorie et les mesures sur la plaque d'aluminium (erreurs inférieures à 6 %) montre la capacité du vibromètre 3D à caractériser mécaniquement une plaque. En effet, de nombreux paramètres sont croisés et leurs mesures/estimations pourraient permettre à terme de corriger le modèle utilisé.

La mise en place d'une étude vibrométrique de l'os a montré des résultats encourageants. D'une part, l'étude de la plaque d'os bovin, dont le conditionnement en plaque a été rapide et peu rigoureux, a montré des résultats comparables entre eux : la différence entre Δf et Δt est de 4 %. Cette différence augmente dans le cas de l'os humain (13 %), cependant le manque d'information de polarisation limite grandement l'étude fréquentielle et donc l'estimation du Δf . De plus, les ondes longitudinales isolées peuvent résulter d'une superposition de modes (L_0 et L_1) altérant la création des phénomènes d'interférences liés aux ondes guidées. Des différences plus singulières sont visibles entre la théorie et la mesure : lorsque l'erreur est de

1,1 % pour l'aluminium, elle passe à 4,6 % dans le cas de l'os bovin et à 26,8 % dans le cas de l'os humain. Cette différence et son inadéquation à l'os humain montrent l'écart entre le modèle choisi et la réalité de l'os. Cependant elle peut être utilisée comme variable de contrôle pour une évolution vers le modèle isotrope transverse. A partir de cette mesure, il sera alors possible, soit de mesurer une propriété de l'os, soit d'estimer l'épaisseur locale.

Les mesures de vitesses sur les différents individus humains ont montré des résultats similaires aux valeurs obtenues dans le chapitre II : les V_L et V_T mesurées dans le chapitre III correspondent aux V_3 et V_4 mesurées dans le chapitre II (respectivement 1,7 % et 3,2 % d'erreur moyenne). Ces remarques tendent à confirmer l'hypothèse d'homogénéité locale de l'os pour une étude à 1 MHz. Bien que moins d'échantillons aient été étudiés, les mêmes tendances que celles observées dans le chapitre II se dégagent : les individus de DPM inférieurs à 13 ans ont des valeurs de vitesse similaires ($[V_R, V_T, V_L] > [1679, 1937, 3786]$ m/s), alors que les individus de plus de 50 ans ont des valeurs bien inférieures ($[V_R, V_T, V_L] < [1468, 1691, 3505]$ m/s).

Pour autant, il semble que certaines caractéristiques se maintiennent dans le temps *post mortem*. Ainsi, les rapports $|H/V|$ théoriques semblent ne pas être influencés par le DPM. Rappelons que le $|H/V|$ en question est calculé soit à partir de V_L , V_R et V_T soit en fonction de V_R et V_T . Il semble alors que les rapports de vitesse ne changent pas avec le DPM. Ces rapports de vitesse rappellent les conclusions des rapports d'anisotropies mesurés dans le chapitre II (à masse volumique égale, le rapport des coefficients diagonaux est le rapport du carré des vitesses associées), et concluant soit sur des rapports constants dans le temps, soit influencés par des paramètres individualisant. Il serait nécessaire de suivre l'évolution de ces rapports pour différents paramètres physiques lié à l'os (porosité, masse volumique) ou lié au conditionnement de l'os (humidité, température).

Bien que le banc d'essai vibrométrique n'ait pas permis d'utiliser l'information de polarisation sur l'os humain, ces mesures suggèrent la possibilité de dater à terme des os par vibrométrie. Les évolutions futures, autres que prendre en compte le modèle isotrope transverse, pourrait s'orienter vers l'augmentation du rapport signal/bruit – par l'usage de laser IR ou d'une poudre réfléchissante au lieu du scotch perturbant la polarisation – ou diminuer le conditionnement appliqué à l'os. L'usage d'une source laser permettrait une génération ultrasonore sans contact par thermoélasticité, limitant les découpes de l'os.

Cette thèse s'achève sur de belles perspectives quant à la possibilité de dater un os humain par une étude ultrasonore dans un contexte médico-légal (autour du délai de prescription de 10

ans, soit 1 à 50 ans). Tout d'abord, les propriétés mécaniques de l'os évoluent de manière significative dans une gamme de DPM d'intérêt pour l'IRCGN : l'os semble passer par deux états stables, un se finissant après 13 ans et l'autre commençant avant 50 ans pour cette étude. L'évolution entre ces deux états n'a pas pu être étudiée. S'il est nécessaire de réaliser d'autres mesures sur des individus de DPM entre 13 et 50 ans, cette gamme d'âge d'évolution est cohérente à celles d'autres méthodes chimiques (UV, Luminol). Cependant, cette thèse suggère la possibilité d'une mesure vibrométrique rapide, peu destructive et sans contact. Certains paramètres peuvent être suivis pour leurs évolutions au cours du temps, d'autres pourraient permettre de suivre l'état de conservation de l'os. Cette perspective suggère l'étude d'un grand nombre d'échantillons osseux avec des informations individualisantes.

Annexes

Annexes.....	155
<i>A. Reprise hydrique de l'os.....</i>	<i>157</i>
<i>B. La transformée Slant-Stack.....</i>	<i>158</i>
<i>C. Simulation numérique.....</i>	<i>161</i>
C.1 Modèle numérique.....	161
C.2 Résultats des simulations.....	163
<i>D. Mesure d'atténuation.....</i>	<i>167</i>
D.1 Théorie et modèle choisi.....	167
D.2 Atténuation dans la plaque d'aluminium.....	168
D.3 Atténuation dans la plaque bovine.....	170
D.3 Remarques et conclusion.....	172
<i>Références.....</i>	<i>173</i>

A. Reprise hydrique de l'os

Le taux d'hydratation de l'os dépend du lieu de conservation de l'échantillon, des conditions atmosphériques et n'est pas *proprement* contrôlé durant les études : ce taux peut varier en fonction des conditions atmosphériques modifiant ainsi la masse volumique de l'os étudié.

Le but du protocole de reprise hydrique est d'étudier la perte hydrique de l'os après immersion totale (taux d'hydratation maximum à taux constant) et la reprise hydrique après une chauffe de l'os (taux d'hydratation minimum à taux constant). Deux suivis de masse ont donc été réalisés sur un os bovin : la masse de l'os a été suivie pendant deux semaines après une immersion totale de l'échantillon dans de l'eau et après un cycle de chauffe à 90°C pendant 10 heures.

Le taux d'hydratation de l'os après une immersion totale diminue pour se stabiliser à partir de 6 jours après une perte de masse de 2,57 %. Ce taux peut varier en fonction des conditions atmosphériques : les huit premiers jours du protocole de déshydratation ont été marqués par un climat chaud et sec contrairement aux jours suivants plus humides. Ces changements climatiques ont fait varier la masse totale de l'échantillon de 0,36 %. L'os se réhydrate après le protocole de chauffe pendant environ 9 jours avant que l'échantillon devienne stable avec une masse totale supérieure au taux initial de 1,46 %.

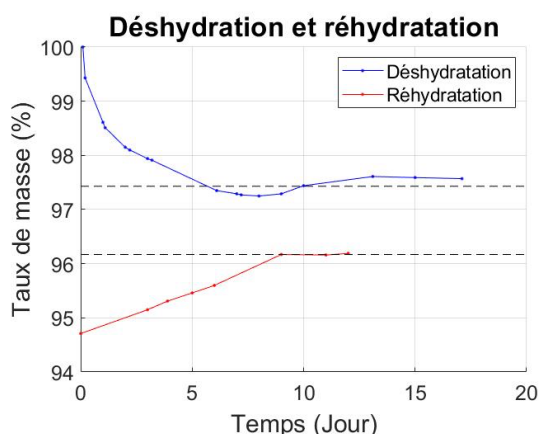


Figure A.1 : Reprise hydrique de l'os bovin au cours du temps

B. La transformée Slant-Stack

La transformée Slant-Stack est un traitement de donnée appliqué au départ au domaine géophysique pour résoudre le problème de la séparation d'ondes primaires aux multiples réflexions/réfractions [1]. Elle fut ensuite appliquée à l'estimation de la dispersion des ondes de surface (Rayleigh, Love) [2] et à l'évaluation des ondes guidées.

En considérant une onde $s(t)$ non dispersive et non atténuée de vitesse de groupe V_{Gr} se propageant selon un axe x , l'évolution du déplacement de cette onde dans l'espace peut s'écrire :

$$U(t, x_i) = s(t) * \delta\left(t - \frac{x_i}{V_{Gr}}\right) = s\left(t - \frac{x_i}{V_{Gr}}\right) = s(t - \Delta t(x_i)) \quad (\text{B.1})$$

L'évolution du déplacement $U(t, x)$ de l'onde est donc la translation de la forme d'onde originelle par un Δt , fonction de la vitesse de groupe de l'onde et de son indice spatial. La transformée Slant propose d'appliquer une translation inverse afin d'annuler le déplacement spatial de l'onde. Pour cela, une vitesse V_{Sl} est choisie et l'évolution spatio-temporelle de l'onde s'exprime alors :

$$U_{Slant}(t, x_i) = s\left(t - \frac{x_i}{V_{Gr}} + \frac{x_i}{V_{Sl}}\right) = s(t - \Delta t + \tau) \quad (\text{B.2})$$

Cette équation se simplifie en posant $V_{Sl} = V_{Gr}$ permettant d'annuler le déplacement spatial de $U(t, x_i)$:

$$U_{Slant}(t, x_i) = s(t) \quad (\text{B.3})$$

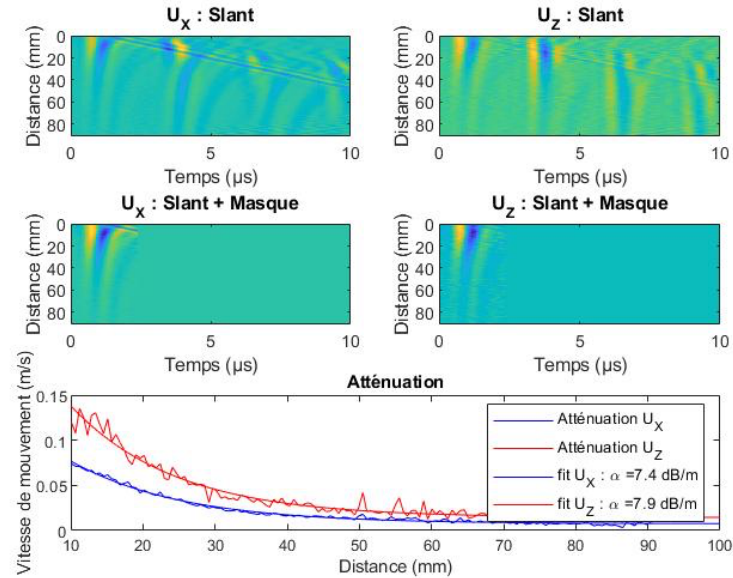


Figure A-0-1 : Exemple d'utilisation de la transformée Slant appliqué pour l'étude de l'atténuation

Cette transformation permet, notamment pour l'étude des ondes guidées, d'aligner les ondes ayant la même vitesse de groupe (étude des différents Split Off). Un exemple de transformée est présenté Figure A-1 pour « aligner » les informations vibratoires à la vitesse de l'onde longitudinale permettant ainsi de les isoler pour mesurer l'atténuation. Cependant cette vitesse de groupe n'est pas forcément un paramètre maîtrisé : il peut alors être intéressant de l'estimer. Pour cela, une gamme de vitesse V_{Sl} autour de la vitesse V_{Gr} est alors appliquée à la transformée Slant. Pour chaque vitesse V_{Sl} de la gamme, une somme spatiale de U_{Slant} est réalisée : c'est la transformée Slant Stack dont le signal obtenu est nommé U_{SS} . Le signal alors obtenu est fonction du temps et de la gamme de vitesses V_{Sl} d'investigation :

$$U_{SS}(t, V_{Sl}) = \sum_{i=1}^N U_{Slant}(t, x_i, V_{Sl}) \quad (\text{B.4})$$

La transformée Slant-Stack permet alors de maximiser l'énergie du signal à la vitesse de groupe de l'onde (somme cohérente). Dans le cas pratique des ondes de Lamb (Figure A.2.1), cette transformée permet de détecter les vitesses des ondes les moins dispersives à savoir l'onde de Rayleigh et l'onde longitudinale en incidence rasante et de repérer leurs générations au cours du temps (Figure A.2.2).

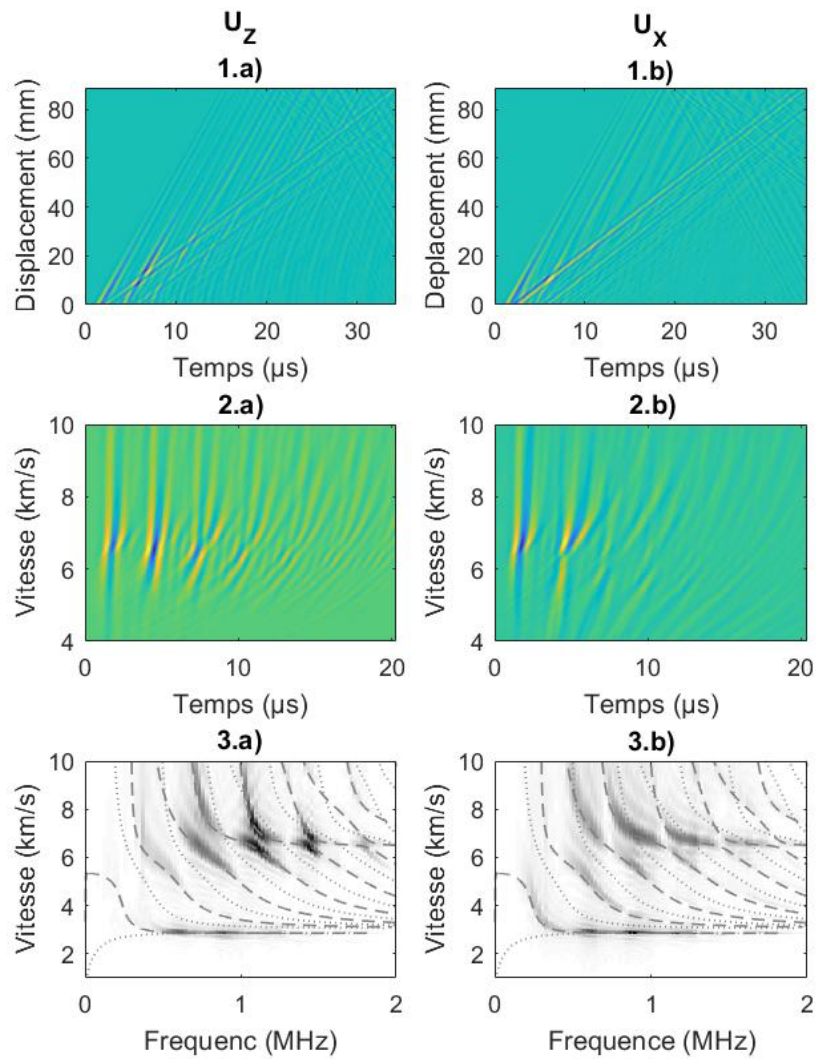


Figure A-2 : Exemple de transformée Slant-Stack 2. temporelle et 3. fréquentielle 1. Naturelle

Une transformée de Fourier appliquée à la transformée Slant-Stack permet quant à elle une représentation du signal en fonction de la fréquence et de la vitesse de phase (Figure A.2.3). Permettant notamment dans le manuscrit de superposer les courbes de dispersion théorique sur le signal.

C. Simulation numérique

L'analyse des mesures expérimentales se fait grâce à un modèle dont le nombre de paramètre d'entrée est limité (dans le cas présent deux vitesses et l'épaisseur de la plaque). Afin de vérifier que ces trois paramètres suffisent à décrire le comportement vibratoire de la plaque étudié, une simulation a été effectuée : cette simulation peut ensuite être comparée aux mesures expérimentales afin de valider la discrétisation des phénomènes vibratoires par trois paramètres indépendants.

C.1 Modèle numérique

La simulation a été réalisée suivant un modèle numérique permettant des discrétisations spatiale et temporelle correctes aux vus des phénomènes observés. Ces différents paramètres sont présentés ci-dessous et complétés par la simulation du comportement du transducteur d'émission et du maillage utilisé :

- **Modèle numérique :** Afin de confirmer l'identification des phénomènes vibratoires expérimentaux au modèle théorique des ondes de Lamb en milieu isotrope homogène infini, une simulation numérique a été réalisée. Cette simulation a été réalisée grâce à la toolbox [3] de k-wave et d'un cluster HPC sous linux CentOS 7.7 (64bits), avec MatLab 2019b et OpenMP avec 8 cœurs (intel 2.1 GHz 2 Xeon Gold 6130, 26 GB RAM par cœur). Le code du modèle numérique MATLAB a été validé en étudiant le mode S0 à bande étroite dans une plaque épaisse (produit fréquence-épaisseur = 0,1).
- **Discrétisation spatiale :** La discrétisation spatiale a été faite pour assurer 30 points par longueur d'onde à 1 MHz pour l'onde de cisaillement dans l'aluminium. Cette condition était la discrétisation minimale permettant des solutions précises. Par souci de simplicité, le maillage est composé d'un domaine physique principal (taille de la grille d'entrée = 970 x 1424 x 152 points) pour lequel la plaque rectangulaire épaisse d'aluminium (noyau) est introduite dans un volume d'air (limite). Les hypothèses du modèle théorique sont utilisées afin de reproduire les réflexions aux limites uniquement dans l'épaisseur de la plaque. Une couche d'absorption (couche parfaitement appariée, PML [3]) permet d'assurer un état infini du milieu aux

frontières du domaine physique. Le solveur K-wave utilise beaucoup de calculs FFT. Pour améliorer les performances du code, le nombre total de points du maillage dans chaque direction (y compris la PML) doit être une puissance de deux, ou avoir de petits facteurs premiers. Ici, nous utilisons une version modifiée de la fonction `checkFactors` de la boîte à outils k-Wave pour vérifier les facteurs premiers et les nombres à éviter. Pour simplifier la modification des exigences de discrétisation, seul le nombre de points PML a été adapté. La taille totale de la grille de calcul était finalement de 1152 par 1536 par 256 points de grille.

- **Discrétisation temporelle :** Le temps maximum simulé (durée du signal numérique) a été défini comme 3 fois le temps mis par l'onde de compression pour se propager le long du noyau. La condition de stabilité du schéma aux différences finies dépend de la taille de la grille et de la définition du pas de temps. Ce dernier doit être inférieur au temps nécessaire à la vague la plus rapide pour se déplacer entre deux points de grille. Pour des calculs fluides, le pas de temps doit être un nombre fini (précision $1e-10$). Le nombre de Courant-Friedrichs-Lewy (CFL) [3] utilisé était d'environ 0,3. Les propriétés temporelles effectives étaient : pas de temps $dt = 4,8$ ns et durée du signal $t_{\text{end}} = 44,2032$ μs pour un total de 9210 pas de temps.
- **Transducteur :** La source est simulée avec une géométrie carrée pour simplifier la symétrie et la longueur du côté est choisie comme $3/4$ du diamètre du transducteur réel afin de réduire les effets près des bords de la plaque. L'excitation du transducteur est donc simulée en plaçant des sources ponctuelles également réparties dans une surface carrée (9,75 mm x 9,75 mm) dans le plan YZ ($x = 0$). A $t = 0$ s, chaque source ponctuelle applique un déplacement normal dans la direction X et évolue selon la forme du signal de 2 cycles de fonction sinusoïdale pondérée par une fenêtre gaussienne. Le signal est défini avec la fonction `toneBurst` de l'onde k, sa durée est de 2 μs et sa fréquence centrale est de 1 MHz. L'historique temporel des formes d'onde est ensuite enregistré à la surface de la plaque numérique et suivant son axe principal à partir de $x = 6,0754$ mm, avec un intervalle d'échantillonnage de 0,104 mm ;
- **Maillage :** Les propriétés des matériaux sont finalement ensuite affectées dans le maillage en fonction du milieu considéré (noyau ou frontière). Le problème direct est résolu à l'aide de la fonction `pstdElastic3D`.

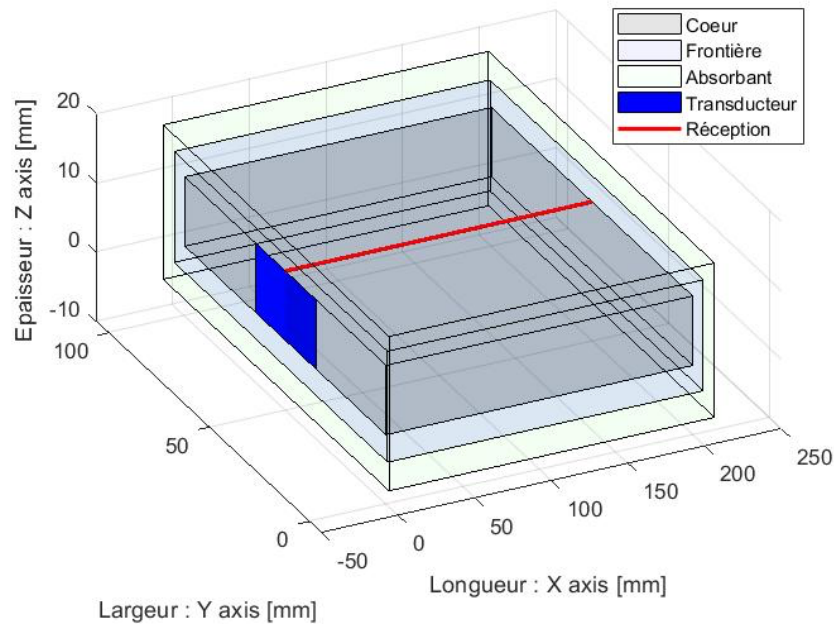


Figure C.0-3 : Définition du domaine pour la simulation

C.2 Résultats des simulations

Deux simulations ont été réalisées pour confirmer la propagation des ondes guidées. La première simulation prend en compte la génération du mode S_0 seul permettant de vérifier la propagation du mode sans les phénomènes de réflexion de l'onde à la surface associés aux *split off*. La deuxième simulation génère l'ensemble des modes de Lamb permettant de vérifier les phénomènes associés aux *split off*. Dans les deux cas, seules les propagations en X et en Z sont étudiées : les phénomènes vibratoires en Y sont théoriquement découplés des modes de Lamb et leurs études ne sont donc pas nécessaires.

La Figure C.2 présente les différentes représentations de la première simulation traitant uniquement le mode S_0 . Une onde directement issue du transducteur est visible sur la Figure C.2.1 : cette onde se matérialise par une zone d'énergie unique sur la transformée Slant Stack temporelle présentée Figure C.2.2 (une deuxième zone d'énergie semble apparaître sur la Figure C.2.a) pouvant être associée au premier *split off* mais est, dans un premier temps, ignorée). La transformée Slant Stack en fréquentielle présentée Figure C.3 montre que l'énergie vibratoire se situe sur le mode S_0 conformément aux attentes de la simulation. A noter que la zone d'énergie est située en basse fréquence (0,1 MHz) et ne permet donc pas de générer des modes de Lamb d'ordres supérieurs.

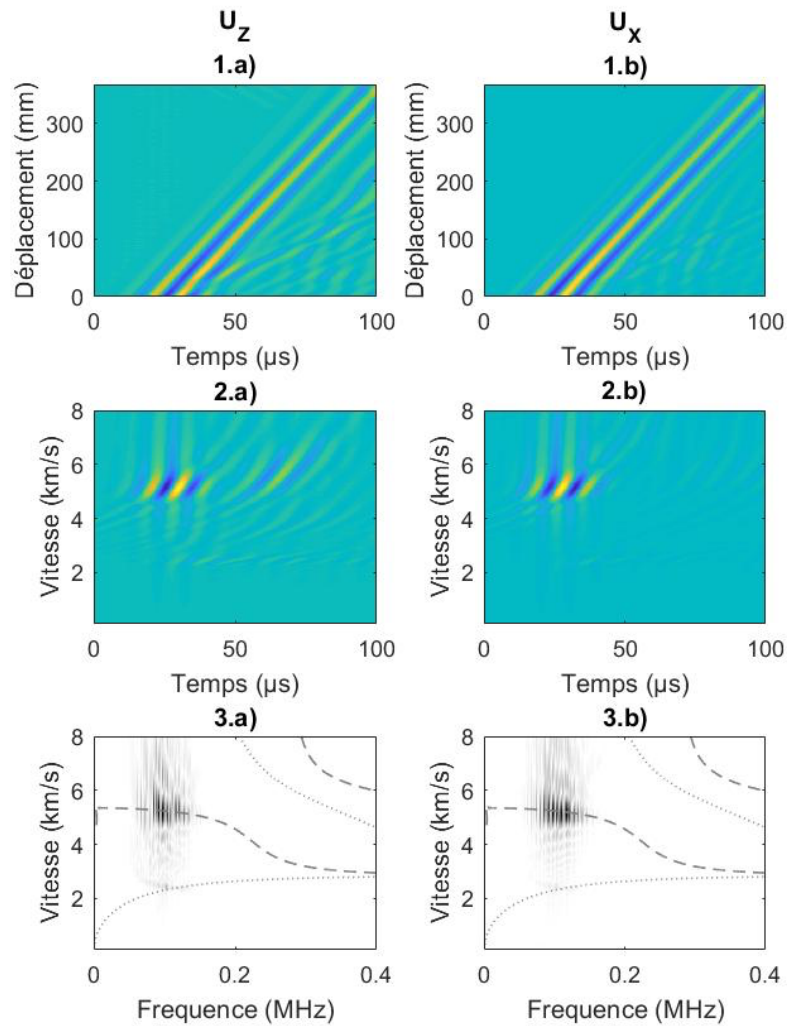


Figure C.2: Simulation de la propagation du mode S_0 , 1.a) et 1.b) propagation spatio-temporelle, 2.a) et 2.b) transformée Slant-Stack en temporelle et 3.a) et 3.b) transformée Slant-Stack en fréquentielle (--- mode S_n et ... mode A_n)

Contrairement à la première simulation, la deuxième propose une génération d'ondes à plus hautes fréquences permettant alors l'apparition de modes d'ordres supérieurs. La Figure C.2.1 montre contrairement à la simulation du mode S_0 plusieurs réémissions d'ondes longitudinales associées aux *split off* prédits par la théorie des ondes guidées. Ces différents *split off* sont discernables les uns des autres grâce à la transformée de Slant-Stack temporelle présentée sur les Figure C.3.2 : les maximums locaux d'énergie sont situés à la vitesse assimilée à l'onde longitudinale pure en Z sur la Figure C.3.2.a) contrairement à la propagation en X montrant des minimums d'énergie aux mêmes points d'intérêts pour les ondes longitudinales réémises (conséquence d'une propagation rasante uniquement selon Z). Ces remarques permettent de mesurer le dt présentée dans la partie théorique. Enfin les Figures C.3 proposent

de superposer les courbes de dispersion théorique aux transformées Slant-Stack fréquentielles selon le mouvement en Z et X. Si la superposition est bonne, permettant de valider l'identification des différents modes S_n , la Figure C.3.3.a) montre des maximums d'énergie aux croisements des courbes de dispersion S_n avec le mode premier mode longitudinale non couplé associé à la vitesse longitudinale pure : inversement la Figure C.3.3.b) montre des minimums locaux à ces emplacements. Ces remarques permettent d'estimer le df présenté dans la partie théorique.

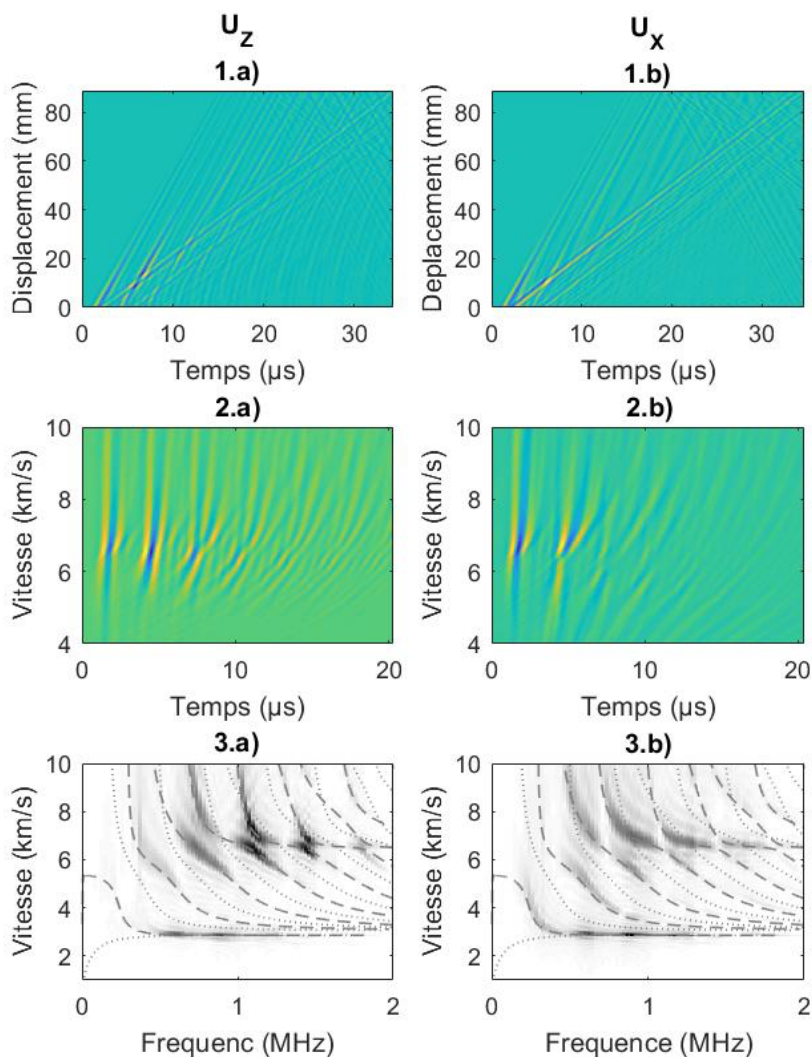


Figure C.3 : Simulation des modes de Lamb autour de 1MHz, 1.a) et 1.b) propagation spatio temporelle, 2.a) et 2.b) transformée Slant Stack temporelle et 3.a) et 3.b) transformée Slant Stack fréquentielle (-- modes S_n et ... modes A_n)

Si la simulation présente certaines différences avec les mesures expérimentales, notamment sur les représentations temporelles, la représentation fréquentielle de la simulation montre une bonne corrélation entre les données et le modèle théorique des courbes de dispersion. Il est aussi possible de voir la localisation des min et max d'énergie en X et en Z aux croisements des modes non couplés (et les modes Lamb) avec le mode L_0 . Si cette simulation peut encore être améliorée, elle permet déjà de confirmer que l'usage du modèle théorique des ondes de Lamb est adapté à l'étude de la plaque d'aluminium et assurer les hypothèses en vue de la compréhension des phénomènes vibratoires.

Cette simulation pourrait être développée en tenant compte notamment d'un modèle élastique isotrope transverse par éléments finis. Alors la même comparaison pourrait être faite entre les données simulées et les plaques d'os, bovines ou humaines. Alors, la compréhension du comportement vibratoire de l'os pourra être évaluée.

D. Mesure d'atténuation

L'atténuation des ondes dans n'a pas été présentée dans le manuscrit puisqu'elle n'a pas donné de résultats exploitables en l'état de nos connaissances, notamment sur l'os bovin ; l'atténuation sur l'os humain n'a donc même pas été suivie. Cependant, l'étude de l'atténuation pourrait apporter de nouvelles informations utiles sur le matériau étudié. Cette annexe propose l'étude de l'atténuation dans la plaque d'aluminium et la plaque bovine afin de conclure sur les raisons poussant à exclure cette étude du manuscrit.

D.1 Théorie et modèle choisi

Deux types d'ondes peuvent être suivis : l'onde longitudinale et l'onde de Rayleigh. Cette étude se base sur le modèle d'une atténuation exponentielle de l'onde suivie dans l'espace, atténuation de la forme :

$$y(x) = a \times e^{-bx} + c \quad (D.1)$$

Où a est l'amplitude non atténuée de l'onde, b le coefficient d'atténuation en Np/m et c le niveau de bruit résiduel. Cette estimation ne prend pas compte de la fréquence : le coefficient d'atténuation b est alors considéré pour une fréquence de 1 MHz, fréquence centrale du transducteur utilisé. Ce coefficient est converti en dB/m par la formule suivante :

$$\alpha = \frac{b \times \ln(10)}{20} \text{ (dB/m)} \quad (D.2)$$

Dans un premier temps, les atténuations peuvent être mesurées sur la plaque d'aluminium pour l'onde longitudinale directe, l'onde longitudinale réémise et l'onde de Rayleigh. Ces trois ondes n'ont pas le même comportement et devrait se distinguer par leurs atténuations :

- L'onde de Rayleigh est en théorie pas atténuée : l'atténuation de cette onde dans un espace court (8 cm) ne devrait pas être significative.
- L'onde longitudinale directe a, comme présenté dans le chapitre III, un comportement similaire en Z et en X : l'onde interroge la surface de la plaque avec un léger angle d'incidence.
- L'onde longitudinale réémise est théoriquement polarisée en Z (propagation rasante). La composante X n'est alors pas associée à l'onde longitudinale pure mais à

ses composantes évanescentes.

Cependant l'étude de l'atténuation de l'onde de Rayleigh est complexe puisqu'elle chevauche les ondes longitudinales réémises. Son étude n'est donc pas présentée bien que des traitements de signaux, notamment par un filtrage Radon, aient été appliqués pour isoler cette onde des autres. Cette transformée de Radon est largement utilisée dans le domaine de la sismologie pour traiter les données ou modéliser des profils [1][4]. Son principe est introduit par Dean en 1983 [5] assurant « la possibilité de reconstruction d'images (fonction réelle à deux variables) à l'aide de la totalité de ses projections selon des droites concurrentes ». Si l'étude de cette onde n'est pas présentée, elle pourrait faire l'objet de perspective dans des études futures.

D.2 Atténuation dans la plaque d'aluminium

D.2.1 Atténuation de l'onde longitudinale directe

Contrairement à l'onde de Rayleigh, l'onde longitudinale apparaît atténuée : il est alors intéressant d'étudier son atténuation dans l'espace. Pour ce faire, une transformée Slant est appliquée aux signaux bruts ainsi qu'un masque permettant d'isoler la première onde longitudinale des autres. Ce traitement appliqué, il est alors possible de tracer le maximum d'amplitude en fonction de l'avancé spatiale de l'onde (Figure D.1).

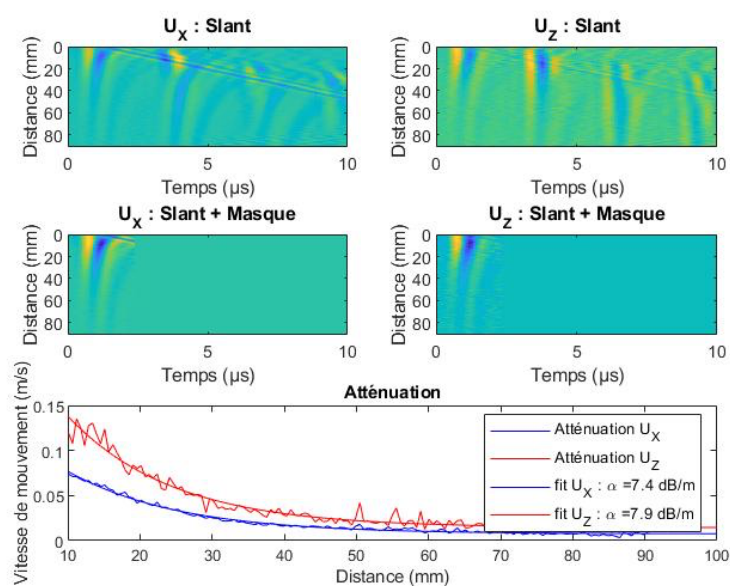


Figure D.1 : atténuation de l'onde longitudinale issue du transducteur

Afin d'atteindre le régime atténué exponentiel de l'onde longitudinale pour l'estimation du coefficient d'atténuation, une marge de 10 mm est prise entre l'apparition de l'onde et le début du fit. Cette marge permet d'estimer des coefficients similaires entre le déplacement U_X et U_Z (7,4 dB/m et 7,9 dB/m). Ces deux atténuations ayant des valeurs similaires tendent à confirmer que les phénomènes vibratoires observés en X et en Z proviennent du même phénomène.

D.2.2 Atténuation de l'onde longitudinale réémise

Contrairement à l'onde longitudinale directe, l'onde longitudinale réémise a un comportement différent en X et en Z. Cette différence est soulignée par l'étude de l'atténuation (Figure D.2). L'atténuation en U_Z a un coefficient d'atténuation légèrement inférieur aux coefficients mesurés pour l'onde longitudinale directe (5,2 dB/m contre $\sim 7,5$ dB/m). Cette légère différence peut être due à la différence d'angle d'incidence des ondes en question. L'onde longitudinale directe, confondue avec le deuxième mode longitudinal, à un angle d'incidence (présence d'une longueur d'onde dans l'épaisseur) : la perte d'énergie de cette onde est alors due à sa diffusion dans l'aluminium et à la réflexion de l'onde à l'interface. La première onde longitudinale réémise, confondue en U_Z avec le premier mode longitudinal non couplé, se propage avec une incidence rasante : l'onde n'est alors pas soumise à la réflexion et perd son énergie seulement par diffusion. Le deuxième mode longitudinal visible en U_X montre un coefficient d'atténuation largement supérieur aux autres coefficients estimés (25,8 dB/m contre $\sim 7,5$ dB/m) : cette onde, théoriquement évanescence, ne se propage donc pas à la surface de la plaque mais plonge rapidement à l'intérieur de la plaque.

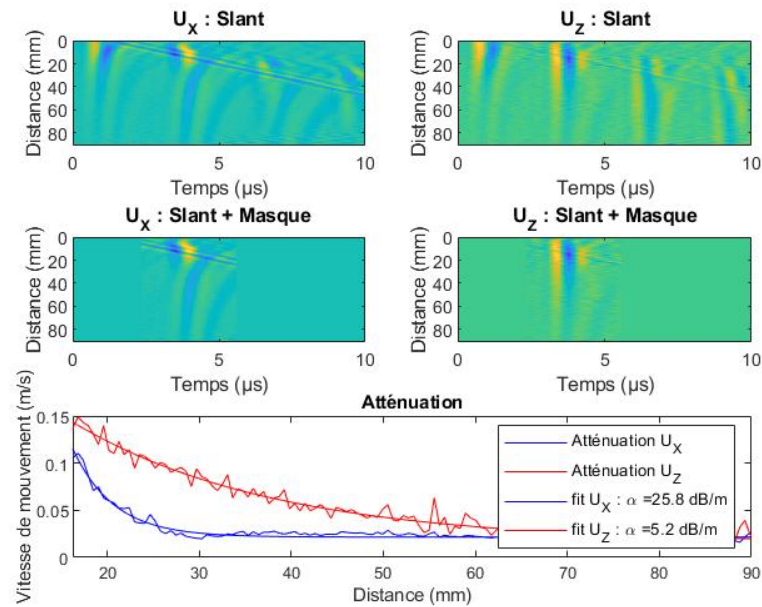


Figure D.2 : atténuation de la première onde longitudinale réémise à l'interface

Les différences d'atténuation, d'une part entre les deux ondes longitudinales, et d'autre part entre les composantes X et Z, sont conformes aux attentes théoriques exposées ci-dessus. Cependant les valeurs des coefficients d'atténuation sont plus complexes à expliquer : le développement d'un modèle théorique transitoire serait intéressant à développer.

D.3 Atténuation dans la plaque bovine

D.3.1 Atténuation de l'onde longitudinale directe

La même étude de l'atténuation peut être réalisée sur la plaque bovine étudiée dans le chapitre III. L'atténuation de l'onde longitudinale directe peut être mesurée grâce une transformée Slant à la vitesse longitudinale mesurée associée à un masque pour isoler l'onde des autres phénomènes. Ces atténuations présentées Figure D.3 proposent des coefficients d'atténuation similaires quoi que légèrement inférieurs à ceux obtenues pour la plaque d'aluminium (6,7 dB/m en X et 5,7 dB/m). Cette remarque sera discutée ci-dessous après l'étude de l'atténuation de l'onde longitudinale réémise.

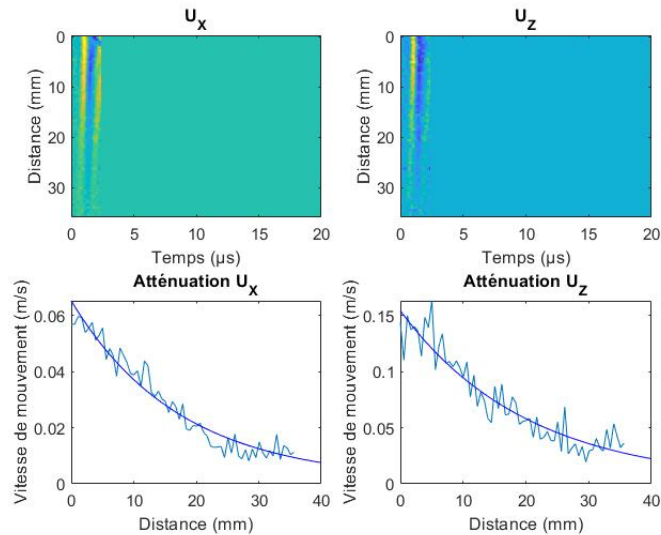


Figure D.3 : étude de l'atténuation de l'onde longitudinale directe sur l'os bovin

D.3.2 Atténuation de l'onde longitudinale réémise

L'étude de l'atténuation de cette première onde réémise par l'interface est légèrement biaisée par l'onde de Rayleigh mais permet de souligner les remarques faites sur l'association de modes différents pour le mouvement en X et en Z. L'atténuation estimée par un fit est plus forte en X qu'en Z (9,2 dB/m en X contre 1,2 dB/m en Z), il est cependant nécessaire de préciser que l'atténuation en Z ne peut être approchée par un fit exponentiel contrairement à l'atténuation en X. L'atténuation en X est légèrement plus importante que celles obtenues pour l'onde longitudinale directe, suggérant les mêmes remarques que pour la plaque d'aluminium : l'onde observée en X est la composante évanescence de l'onde, plongeant dans la plaque, alors que la composante en Z, moins atténuée, correspond à l'onde se propageant en incidence rasante (Figure D.4). Si le profil d'atténuation en Z ne permet pas d'approcher un coefficient d'atténuation, il montre une onde moins atténuée : cette atténuation semble débuter en Z à ~20 mm contre ~5 mm en X. Cette remarque conforte l'hypothèse d'un mode L0 visible en Z et montre que la longueur de l'échantillon est trop petite pour étudier correctement l'atténuation.

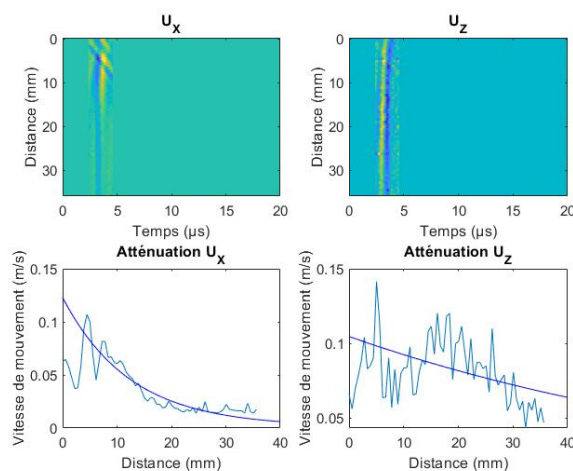


Figure D.0-4 : étude de l'atténuation de la première onde longitudinale réémise sur l'os bovin

Si l'étude de l'atténuation de la plaque d'aluminium et de la plaque bovine donne des résultats conformes aux attentes théoriques énoncées en début d'annexe, les valeurs des coefficients d'atténuation laissent penser que cette étude n'est pas maîtrisée. Les données spatiotemporelles montrent que les ondes sont moins atténuées dans la plaque d'aluminium que dans la plaque bovine ; ce qui semble cohérent aux vues des compositions de ces deux plaques. Cependant, la mesure des coefficients d'atténuation suggère que les ondes sont moins atténuées dans l'os bovin que dans l'aluminium.

D.3 Remarques et conclusion

Ces résultats contre intuitifs pourraient s'expliquer par plusieurs raisons. Premièrement, les études n'ont pas été faites sur la même longueur (80 mm pour la plaque d'aluminium contre 35 mm pour la plaque bovine) : le fit ne prend pas en compte le même nombre de points dans les deux cas. Aussi, le modèle de fit prend en compte un coefficient de bruit résiduel : ce bruit résiduel est différent entre la plaque d'aluminium et la plaque bovine pouvant biaiser son estimation. Enfin, il est possible que, sur des distances aussi courtes (quelques cm), l'atténuation de l'onde soit majoritairement due à la réflexion de l'onde à l'interface et non à l'absorption de l'onde par la plaque : dans ce cas, la mesure d'atténuation des deux plaques ne tient pas majoritairement du matériau étudié mais de sa géométrie.

Ces remarques ont poussé à exclure l'étude de l'atténuation du manuscrit. Cependant, l'étude de l'atténuation s'inscrit dans la démarche du chapitre 3 : la caractérisation d'un matériau par de multiples paramètres issus d'une mesure unique. L'atténuation serait alors une perspective intéressante à la suite de cette thèse.

Références

- [1] G. McMechan and M. Yedlin, "Analysis of dispersive waves by wave field transformation," *Geophysics*, vol. 46, pp. 869–874, 1981.
- [2] L. Ambrozinski, B. Piwakowski, T. Stepinski, and T. Uhl, "Evaluation of dispersion characteristics of multimodal guided waves using slant stack transform," *NDT E Int.*, vol. 68, pp. 88–97, 2014.
- [3] B. E. Treeby, J. Jaros, D. Rohrbach, and B. T. Cox, "Modelling elastic wave propagation using the k-Wave MATLAB Toolbox," *IEEE Int. Ultrason. Symp. IUS*, no. 4, pp. 146–149, 2014.
- [4] G. A. McMechan, "Determination of source parameters by wavefield extrapolation," *Geophys. J. Int.*, vol. 71, no. 3, pp. 613–628, Dec. 1982.
- [5] S. R. Deans, *The Radon transform and some of its applications*. New York (N.Y.): Wiley, 1983.

Résumé

Dans le contexte de l'anthropologie judiciaire, ce travail de recherche présente une étude des signatures ultrasonores des os en vue d'une datation *post mortem*. Le premier chapitre présente l'état de l'art sur la connaissance de la structure de l'os, de la datation osseuse ainsi que les études mécaniques classiquement réalisées sur l'os pour d'autres domaines d'applications. Les deux chapitres suivants présentent deux approches de caractérisation ultrasonore : la première, par une mesure locale et la seconde par une mesure globale. Dans les deux cas, quatre groupes d'échantillons osseux de délais *post mortem* différents sont étudiés et des études annexes permettent d'assurer la comparabilité des échantillons entre eux.

Le première approche propose une mesure ultrasonore locale sur l'os, en contact ou en immersion, des coefficients diagonaux de la matrice de rigidité de l'os. Elle permet une mesure précise de nombreux paramètres de l'os et permet de juger de son anisotropie. La seconde approche propose le suivi par vibrométrie 3D d'ondes guidées dans la corticale osseuse. Cette méthode permet, à partir d'une mesure unique, de caractériser l'os par plusieurs paramètres.

Les résultats de ce travail montrent une évolution non négligeable des coefficients de rigidité de l'os entre 13 à 50 ans de délai *post mortem*. Avant 13 ans et après 50 ans, les propriétés de l'os semblent peu évoluer. Cette évolution est conjointement révélée par les mesures locales et globales de l'os.

Ce travail confirme l'usage du modèle isotrope transverse pour la caractérisation de l'os *post mortem*. Il suggère la capacité des mesures vibrométriques à rendre compte du modèle choisi par une mesure unique et à participer à une estimation du délai *post mortem* sans conditionnement préalable de l'os par la mise en place d'une émission ultrasonore non destructive.

Mots clef : os, *post mortem*, ultrasons, vibrométrie 3D, onde guidée.

Abstract

In the context of forensic anthropology, this research presents a study of ultrasound signatures of bones for *post-mortem* dating. The first chapter presents the state of the art on knowledge of bone structure, bone dating as well as mechanical studies conventionally performed on bone for other fields of application. The next two chapters present two approaches to ultrasonic characterization: the first, by a local measurement and the second by a global measurement. In both cases, four groups of bone samples of different *post-mortem* age are studied, and additional studies make it possible to ensure the comparability of the samples between them.

The first approach proposes a local ultrasonic measurement on bone, in contact or in immersion, of the diagonal coefficients of the bone stiffness matrix. It allows a precise measurement of many parameters of the bone and makes it possible to judge its anisotropy. The second approach proposes monitoring by 3D vibrometry of guided waves in the bone cortex. This method allows, from a single measurement, to characterize the bone by several parameters.

The results of this work show a significant change in the coefficients of bone stiffness from 13 to 50 years after the death of the individual. Before 13 years and after 50 years, the properties of bone do not seem to change much. This development is jointly revealed by local and global measurements of the bone.

This work confirms the use of the transverse isotropic model for the characterization of *post-mortem* bone. It suggests the capacity of vibrometric measurements to account for the model chosen by a single measurement and to participate in an estimation of the *post-mortem* time without prior conditioning of the bone by the establishment of a non-destructive ultrasonic emission.

Key words: Bone, *post-mortem*, ultrasound, 3D vibrometry, guided wave.