

UTILISATION ELEMENTAIRE D'UN RESEAU DE CAPTEURS
"SnO₂" POUR LA RECONNAISSANCE D'ODEURS
ENVIRONNEMENTALES.

NICOLAS Jacques, ROMAIN Anne-Claude,
WIERTZ Véronique, MATERNOVA Jindriska,
ANDRE Philippe
Fondation Universitaire Luxembourgeoise
Avenue de Longwy 185
6700 ARLON Belgique
Tél. : +32.63.230.857
Fax : +32.63.230.800
email : nicolas@ful.ac.be

1. Introduction

Les nuisances olfactives dans l'environnement font l'objet d'un très grand nombre de plaintes dans la population.

Pouvoir identifier les mauvaises odeurs et les suivre en continu directement sur le terrain constituerait sans conteste un atout non négligeable pour un bon nombre d'études environnementales.

Sur le principe, un tel objectif semble correspondre parfaitement aux possibilités et à la souplesse d'un nez électronique.

Cependant, si l'environnement est fréquemment cité parmi les applications possibles des nez électroniques, il faut reconnaître que les études visant la mesure des mauvaises odeurs sur le terrain restent très rares.

La majorité d'entre elles sont relatives aux secteurs de l'agriculture et de l'élevage (Elliott-Martin, 1994; Persaud et al., 1996, Misselbrook et al., 1997).

La généralisation du concept du nez électronique au monitoring d'odeurs environnementales doit passer par la résolution d'un certain nombre de problèmes.

- Le seuil de détection des capteurs reste trop élevé pour permettre des mesures à l'immission, où les concentrations en composés odorants sont souvent bien inférieures au ppm. Une méthode de préconcentration sur matériau adsorbant est possible, mais complique les manipulations et la maintenance.
- Les odeurs perçues sur le terrain sont dues à des molécules déjà en phase gazeuse, alors que beaucoup d'applications de laboratoire, notamment dans le domaine agro-alimentaire, passent par une étape d'extraction des composés gazeux par "head space". Cette particularité des odeurs de l'environnement permet d'éviter une opération, et donc du matériel supplémentaire, mais ne permet pas, en pratique, d'imposer les conditions opératoires rigoureuses habituelles du laboratoire. Un bon nombre de paramètres extérieurs influencent à la fois l'odeur perçue et la détection par le réseau de capteurs : température et humidité de l'air odorant, mouvement de l'air autour des capteurs, endroit et période de la mesure ou du prélèvement, opérateur, ...

Si de tels facteurs nuisent à la reproductibilité des signaux mesurés, il faut cependant les considérer comme imposés, et faisant partie de "l'odeur", et la technique d'apprentissage et de reconnaissance doit en tenir compte.

- L'instrumentation actuellement disponible sur le marché reste en général trop complexe, trop fragile et, en tout état de cause, trop onéreuse pour être transportée facilement sur le terrain et mise en œuvre en diverses localisations autour d'un site émetteur. En particulier, l'expérience du terrain met en évidence la limitation due à la nécessité de disposer d'un air de référence, exempt d'odeur, pour créer la ligne de base des capteurs : qu'il s'agisse d'air extérieur filtré ou de gaz en bouteille, les opérations de maintenance s'avèrent trop fréquentes pour une surveillance continue sur le site.

Si l'on ajoute que le nez électronique commercial est très souvent une "boîte noire" dans laquelle il est malaisé de récupérer un signal pouvant servir à un monitoring ou à un contrôle, on comprend mieux que l'usage de ce type d'instrument ne se généralise pas dans l'environnement.

L'amélioration de la sensibilité des capteurs est l'affaire des spécialistes du domaine et, d'année en année, de remarquables progrès sont réalisés avec différents types de capteurs.

Les deux autres contraintes, liées aux influences extérieures et à la complexité de l'appareillage, peuvent, elles, être satisfaites par une recherche ciblée réalisée par les utilisateurs des systèmes.

L'unité "Surveillance de l'Environnement" de la FUL a entrepris une telle étude il y a quelques années. Plutôt que d'acquérir d'emblée un appareil commercial, inadapté au monitoring dans l'environnement, elle a développé sa propre instrumentation, basée sur un réseau de capteurs à oxyde d'étain, et tente, en progressant du plus simple vers le plus complexe, d'établir les spécifications minimales d'un détecteur de nuisances olfactives adapté au terrain.

Ce n'est que récemment que l'équipe s'est dotée d'un analyseur commercial, "l'Emission Analyzer" de la firme suédoise NST, pour tenter cette fois la démarche inverse : simplifier un système relativement complet pour le rendre conforme aux exigences du terrain.

Au cours d'une première étape, nous avons étudié le comportement du réseau de senseurs avec des odeurs, le plus souvent synthétiques, mais proches des odeurs rencontrées dans l'environnement et avons mis en évidence que l'humidité, bien qu'influençant la qualité des résultats de classification, peut être prise en compte, moyennant des précautions particulières (Romain et al., 1997).

La démarche vers le détecteur de terrain et le suivi en continu des odeurs environnementales est en cours : elle sera décrite dans un prochain article (Nicolas et al., 1999).

La présente communication décrit l'étape intermédiaire : la présentation à un réseau de capteurs, monté dans un système de laboratoire, de plusieurs odeurs prélevées dans l'environnement, dans des conditions variables de climat, d'échantillonnage ou de process.

Afin néanmoins de simuler le mieux possible la situation de terrain, l'utilisation du réseau de senseurs reste très simple : aucune précaution particulière n'est prise pour assurer la précision des mesures (thermostatisation de l'enceinte, contrôle des débits, ...) et l'air de référence est généré de manière élémentaire.

2. Matériel et méthode

Cinq sources typiques de mauvaises odeurs dans l'environnement ont été sélectionnées parmi celles associées aux principales plaintes du voisinage dans nos régions. Si les 5 sources choisies représentent un éventail représentatif des odeurs environnementales, chacune d'entre elles n'est pas pour autant fondamentalement différente des 4 autres. Au contraire, plus le détecteur parviendra à discriminer des odeurs proches, plus robuste sera la conclusion de l'étude.

Les 5 sources choisies sont :

- un atelier de peinture en carrosserie;
- une imprimerie;
- une entreprise d'équarrissage;
- une station d'épuration;
- un centre de compostage de déchets ménagers.

Deux groupes peuvent déjà être identifiés dans ces 5 sources : les 2 premières sont caractérisées par des solvants, les 3 suivantes par des processus de fermentation.

Comme l'objectif de la présente étude est de tester la faisabilité d'une reconnaissance des odeurs par un réseau de capteurs, les échantillons sont prélevés à proximité de la source et non dans l'environnement.

La campagne de mesure a été menée sur 7 mois, durant lesquels 64 échantillons ont été prélevés en sacs Tedlar® et présentés au réseau de capteurs du laboratoire.

La source étant fixée, plusieurs facteurs peuvent encore influencer les résultats de mesure :

- l'endroit exact des prélèvements;
- la procédure d'échantillonnage;
- l'évolution du processus qui génère l'odeur (conditions de process de l'entreprise, nature des déchets, ...);
- le climat (commencée à la fin du printemps, la campagne s'est terminée au début de l'automne);
- la procédure de détection en laboratoire;
- le traitement et l'interprétation des résultats.

Les conditions contrôlables liées à la procédure de mesure proprement dite ont été maintenues aussi constantes que possible : échantillonnage, passage sur le détecteur de laboratoire et traitement mathématique.

A l'inverse, les conditions incontrôlables liées aux variations de la source ou au climat n'ont volontairement pas été reproduites. De même, les endroits, les moments de la journée et les équipes de prélèvement ne sont pas toujours restées identiques.

Seules 5 mesures ont été écartées pour des raisons de mauvaises manipulations des appareils ou de présence d'odeurs parasites sur le site (dispersion de produits anti-odeur). C'est donc sur un total de 59 mesures que l'étude a été effectuée.

Douze capteurs à oxyde d'étain (Figaro) constituent le réseau de détection. Placés dans une boîte en "perspex", d'environ 6 litres, ils sont chauffés par des alimentations de 5 V. Ils sont soumis d'abord à un air de référence, maintenu à une humidité proche de celle des échantillons, puis au mélange gazeux prélevé, avec un débit de l'ordre de 2 NI/min, mesuré visuellement par un rotamètre, mais non contrôlé.

Les signaux, formés par les résistances électriques des capteurs, sont enregistrés en continu, puis traités, en temps différé, au moyen de logiciels standard (Matlab, Statistica).

3. Résultats

Prétraitement des données

La variable utile injectée, pour chacun des douze capteurs, dans le logiciel de calibration des modèles de reconnaissance, peut être choisie parmi un ensemble de possibilités de prétraitement du signal brut :

- la résistance R, observée après stabilisation du signal;
- la même résistance normalisée par rapport à l'ensemble des capteurs i , $\frac{R}{\sqrt{\sum_i R_i^2}}$;
- le rapport R/R_0 , la résistance R_0 étant caractéristique de l'air de référence;
- le rapport $(R_0 - R)/R_0$;
- le même rapport normalisé par rapport à l'ensemble des capteurs;
- la résistance mesurée systématiquement après un temps fixé de passage de l'odeur sur les capteurs;
- l'intégrale du signal;
- la pente du signal au démarrage de la phase d'activation du capteur;
- la pente du signal au début de la phase de retour à la ligne de base.

La meilleure performance de classification par l'analyse discriminante est fournie avec la résistance brute R, normalisée par rapport à l'ensemble des capteurs. L'introduction de la résistance R_0 correspondant à la ligne de base détériore toujours la qualité de la discrimination.

L'explication pourrait être la suivante : si y est la valeur du "signal" provenant du capteur (ici par exemple $y = -$ la variation de résistance), la valeur $y = 0$ correspond à un gaz de référence, pour lequel la résistance est maximale, généralement de l'air sec et pur. La réponse y du capteur en fonction de la concentration des composés gazeux auxquels il est sensible (y compris la vapeur d'eau) est exponentielle (figure 1).

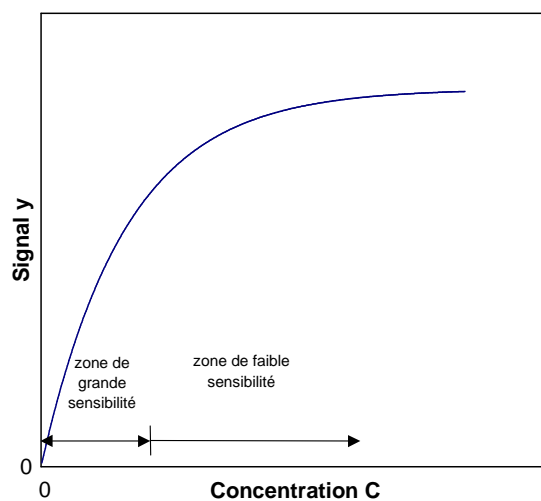


Figure 1 : Allure exponentielle de la réponse d'un capteur à une augmentation de concentration des gaz auxquels il est sensible.

Dans notre cas, l'air injecté comme gaz de référence n'étant ni sec, ni maintenu dans des conditions rigoureusement stables, il correspond à une concentration C qui peut s'écarter légèrement du point 0 de référence. Or, comme la sensibilité du capteur dans cette zone de faible concentration est très élevée, le signal y peut varier très fort, ce qui justifierait l'instabilité de R_0 d'une manipulation à l'autre. A l'inverse, pour autant que la concentration du gaz étudié soit suffisante, la réponse du capteur en présence de l'odeur atteint une zone de plus faible sensibilité, ce qui rend le signal brut assez stable d'une manipulation à l'autre.

Cette constatation est encourageante dans l'esprit d'un détecteur de terrain : pour autant que les capteurs soient périodiquement régénérés par de l'air, il ne semble pas nécessaire d'enregistrer le signal de base correspondant, ce qui autorise une plus grande tolérance sur la pureté de cet air.

Une seconde remarque intéressante est que la moins bonne des variables est la pente au démarrage de la phase d'activation, mais que la discrimination correspondante reste tout à fait acceptable (27 % de mauvaise classification). Cette variable dynamique pourrait donc servir pour une préclassification rapide pour guider la reconnaissance ultérieure.

Reconnaissance

La reconnaissance des 5 odeurs est réalisée de manière classique par la calibration d'un modèle au cours d'un apprentissage, grâce à une technique d'analyse discriminante ou de réseau neuronal.

La figure 2 montre les résultats obtenus dans le plan des 2 premières fonctions discriminantes lorsqu'on introduit également dans la procédure les signaux correspondant à de l'air pur et qu'on impose de reconnaître un groupe général "présence d'une odeur" par rapport à "absence d'une odeur".

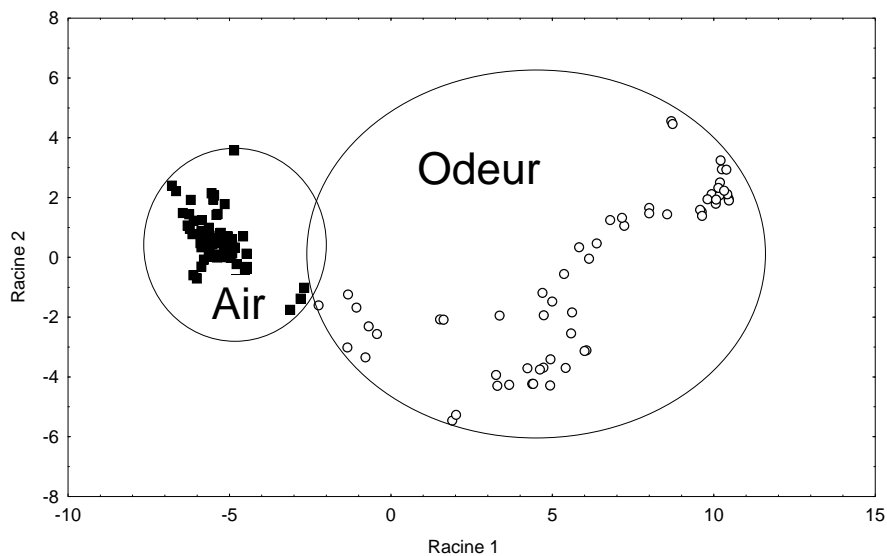


Figure 2 : Représentation des points de mesure dans le plan des 2 premières fonctions discriminantes pour identifier les classes "air" ou "odeur".

La reconnaissance est parfaite : ce premier modèle pourrait être appliqué dans un détecteur de terrain pour détecter la présence d'une odeur quelconque dans une ambiance fluctuante.

La figure 3, elle, fournit les résultats d'une analyse discriminante correspondant, cette fois, à la reconnaissance des 5 sources d'odeur.

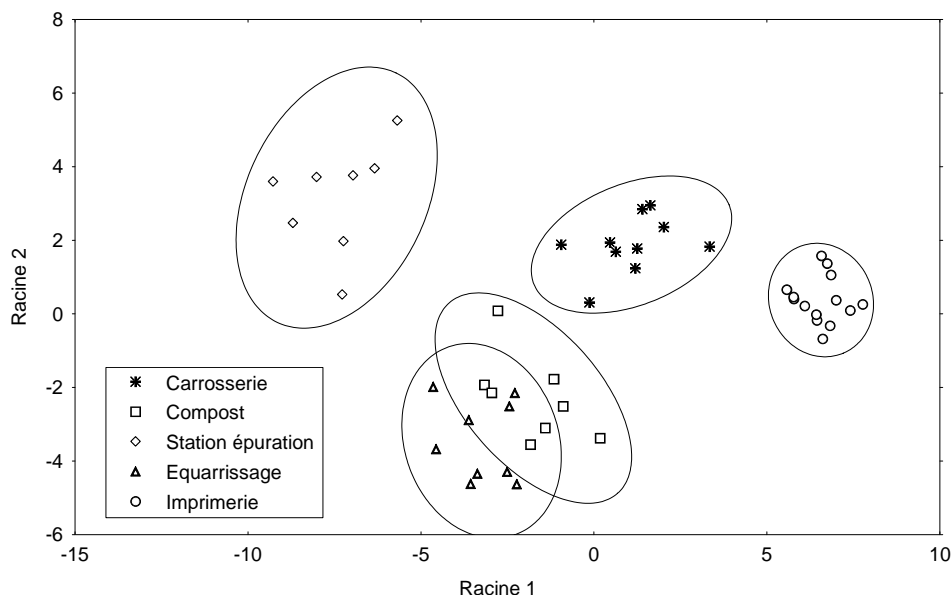


Figure 3 : Représentation des 5 groupes d'odeur dans le plan des 2 premières fonctions discriminantes.

Malgré la proximité des groupes "équarrissage" et "compost", toutes les observations sont bien classifiées, sauf une observation correspondant au "compost". L'examen des coefficients de pondération des capteurs des fonctions discriminantes montre en outre que cette classification n'est pas fortuite et peut être expliquée par la sensibilité de certains capteurs aux composés rencontrés dans les effluents gazeux étudiés. Ainsi les capteurs TGS822, TGS800 et TGS813, plus sensibles respectivement aux solvants, à la fumée de cigarette et aux gaz combustibles identifient les émanations de carrosseries et d'imprimerie, sur la droite de l'axe horizontal et les capteurs TGS824, TGS825 et TGS800, sensibles à l'ammoniac, à l'H₂S et aux vapeurs alimentaires, perçoivent mieux les odeurs de station d'épuration, de compost et d'équarrissage, du côté gauche de l'axe horizontal. Verticalement, c'est surtout les capteurs TGS824 (NH₃) et TGS2180 (vapeur d'eau) qui permettent de séparer la station d'épuration des groupes "équarrissage" et "compost".

Les techniques de réseau de neurones fournissent des résultats similaires.

Influence de l'humidité

Comme notre précédente étude l'avait déjà mis en évidence sur des mélanges gazeux synthétiques, la teneur en eau de l'échantillon n'est pas une limitation aussi longtemps que

l'apprentissage ne privilégie pas certaines conditions d'humidité par rapport à d'autres, mais au contraire, que le modèle soit calibré sur base du plus grand nombre possible de conditions différentes. L'humidité ambiante peut alors être considérée comme un facteur "neutre", qui n'influence pas la classification. Cependant, une constatation qui mériterait ultérieurement d'être confirmée, est que les capteurs sensibles à la vapeur d'eau (TGS883 et TGS2180) semblent permettre de faire ressortir le caractère "eau" dans une odeur, comme celle de la station d'épuration.

Influence de la saison

Les prélèvements se sont étalés sur une période de 7 mois, sur plusieurs saisons.

A nouveau, si la variable "climat" n'est pas privilégiée dans la procédure d'apprentissage, elle pourra être considérée comme neutre vis-à-vis de la discrimination.

Par contre si le but est de classifier les observations selon l'époque du prélèvement, la procédure mathématique parviendra, comme le montre la figure 4, à séparer les diverses époques de prélèvement.

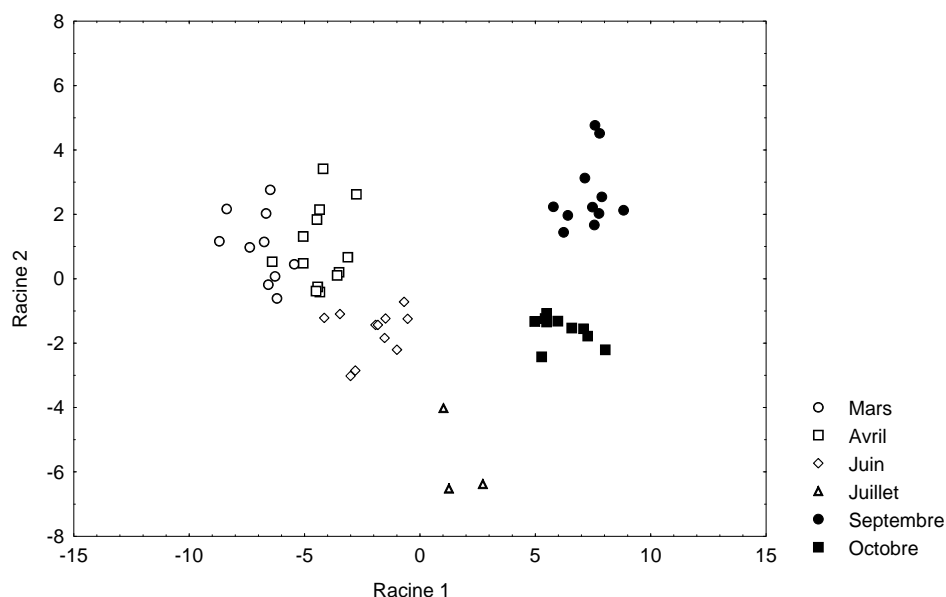


Figure 4 : Résultats de l'analyse discriminante appliquée dans le but de classifier les époques de prélèvement.

Influence de la source

Si le type de source est évidemment un facteur déterminant dans la classification, l'origine exacte de l'odeur peut, à l'instar de l'humidité ou de la saison, apparaître comme une variable neutre. Ainsi, les observations réalisées à "l'imprimerie" sont en fait issues de deux ateliers distincts, de tailles et de localisations différentes, mais sont amalgamées sous le même label "imprimerie". Le système ne fait pas de distinction évidente entre les odeurs provenant des deux ateliers, toutes deux caractérisées par des solvants majoritairement formés d'hydrocarbures aliphatiques et aromatiques.

Validation

Les résultats précédents le montrent : une procédure de reconnaissance, telle que l'analyse discriminante ou les réseaux de neurones, permet d'identifier plusieurs types différents de groupes (groupes d'odeur d'origines différentes, groupes d'époques de prélèvement différentes, ...), et en général, de justifier cette classification par le rôle des capteurs. Il va sans dire que cette conclusion n'est valable que si le regroupement est pertinent et qu'il est effectivement induit par de réelles différences entre les classes. Il ne faudrait pas pour autant en déduire que les méthodes de reconnaissance fonctionnent toujours, quelles que soient les données d'origine et les classes qu'on leur impose de reconnaître.

Il demeure néanmoins que la qualité de la discrimination obtenue par des procédures supervisées ne constitue pas un indice valable pour juger de l'efficacité globale du système d'identification des odeurs.

Deux types de démarches peuvent être entreprises pour apprécier cette efficacité. La première est de tester également une procédure non supervisée, comme l'analyse factorielle en composantes principales (ACP). La procédure étant, cette fois, libre de positionner les points de mesure, l'examen de leur position relative peut être indicateur de la capacité du système de mesure à classer différentes odeurs.

Dans notre cas, 4 groupes peuvent être clairement identifiés par l'ACP, mais les observations correspondant au "compost" et à "l'équarrissage" restent mélangées. La similarité des compositions gazeuses pour ces deux sources (ammoniac, aldéhydes, cétones, acides gras) peut certainement justifier la confusion entre les deux signatures olfactives.

La seconde démarche consiste à valider les modèles calibrés par les procédures supervisées au moyen d'observations nouvelles, dont l'origine est inconnue du système.

A cette fin, les modèles ont été calibrés par analyse discriminante et par réseaux de neurones sur 49 observations seulement. Les dix autres observations (2 pour chaque sources) ont été réservées pour la validation : elles ont toutes été classifiées correctement par les modèles. En outre, deux échantillons ont été prélevés à la station d'épuration lors de l'aspersion de produits masquants et avaient d'abord été écartés de la série de données. Proposés comme validation des modèles de classification préalablement calibrés, leur provenance n'est pas identifiée ou ils sont classés à tort dans "équarrissage". S'ils sont introduits dans la phase d'apprentissage du modèle, ils ne parviennent pas non plus à être placés dans le bon groupe.

Enfin, les fonctions de classification issues de l'analyse discriminante et les fonctions de transfert obtenues par la procédure d'ajustement des réseaux de neurones (backpropagation) ont été introduites dans l'instrumentation d'acquisition de données utilisée sur notre système de laboratoire. L'appareil est ainsi capable d'identifier la source d'odeur en temps réel, et directement "en ligne". Les tests effectués plus récemment sur de nouveaux échantillons prélevés sur les 5 mêmes sources montrent qu'en général, le système reconnaît bien l'odeur qu'on lui propose.

4. Discussion

L'étude réalisée sur les odeurs provenant de 5 sources typiques de l'environnement montre qu'un appareillage simple, utilisé sans grande précaution et sans trop se soucier de la

reproductibilité des conditions d'échantillonnage parvient à identifier correctement l'origine des odeurs qu'on lui propose. Deux enseignements essentiels peuvent être tirés des résultats obtenus.

Le premier concerne l'air de référence utilisé pour établir la ligne de base des capteurs : bien que nécessaire pour régénérer l'oxyde semi-conducteur, il ne s'avère pas indispensable comme gaz de référence, dans la mesure où le signal correspondant à la ligne de base n'est pas essentiel pour discriminer de manière satisfaisante. Alors que les informations de la littérature montrent, qu'au contraire, la référence à un air pur améliore toujours la qualité de la classification pour un appareil de laboratoire, utilisé dans des conditions rigoureuses, il n'en est pas de même dans notre cas. Lorsqu'il s'agit d'objectifs environnementaux comme le déclenchement d'un signal d'alarme ou le contrôle de dispositifs anti-odeurs, moins contraignants que, par exemple, la classification de produits alimentaires, l'air pur de référence peut en effet être évité.

Le second enseignement concerne les modèles obtenus par une procédure de classification supervisée. Si l'apprentissage est réalisé sur un éventail suffisamment large de conditions ambiantes (notamment conditions climatiques) et de circonstances d'échantillonnage (saison, localisation de la source), celles-ci peuvent être considérées comme des variables "neutres" dans la classification.

Ce qui est rassurant, c'est qu'il existe une limite à cette possibilité de classer correctement des odeurs prélevées dans des conditions fort différentes : ainsi, les procédures n'ont jamais été capables d'attribuer au groupe "station d'épuration" une odeur d'eau usée masquée par un produit anti-odeur.

De tels résultats sont prometteurs dans l'esprit du développement d'un détecteur de terrain applicable aux odeurs de l'environnement : une certaine souplesse est tolérée dans l'utilisation du réseau de capteurs et des procédures de reconnaissance, ce qui autorisera probablement une simplification de l'instrumentation.

La dérive des capteurs dans le temps reste cependant une limitation importante pour l'utilisation d'un tel détecteur sur de longues périodes : une calibration par des mélanges gazeux étalons, typiques des ambiances étudiées, est indispensable pour assurer la fiabilité des mesures.

Bibliographie

ELLIOTT-MARTIN, R.J. (1994)

Monitoring of breath odor in dairy cattle : the Fox 2000 intelligent nose in the field. Symposium on Olfaction and Electronic Nose, Toulouse, sept. 26-27 1994.

MISSELBROOK, T.H., HOBBS, P.J., PERSAUD, K.C. (1997)

Use of an electronic nose to measure odour concentration following. Application of cattle slurry to grassland. J. Agric. Engineering Research, **66**, 213-220.

NICOLAS, J., ROMAIN, A.C., WIERTZ, V., MATERNOVA, J., ANDRE, Ph. (1999)

First trends towards a field odour detector for environmental applications.
Accepted for ISOEN 99 – Tuebingen – sept. 20-22, 1999.

PERSAUD, K., KHAFFAF, S.M., HOBBS, P.J., SNEATH, R.W. (1996)
Assessment of conducting polymer odour sensors for agricultural malodour measurements.
Chem. Sensors, **21**, 495-505.

ROMAIN, A.C., NICOLAS, J., ANDRE, Ph. (1997)
In situ measurement of olfactive pollution with inorganic semiconductors : limitations due to
the influence of humidity and temperature.
Seminars in Food Analysis, **2**, 283-296.