# Front de fusion/solidification dans un milieu poreux : Suivi spatio-temporel du front par une méthode acoustique

En utilisant le principe du sonar et avec un algorithme adéquat on peut étudier les évolutions spatiale et temporelle de l'avancement du front de gel (interface liquide/solide). Ceci est possible même dans un domaine à nombreuses ruptures d'impédance. L'hétérogénéité du milieu qui présente des ruptures d'impédance du même ordre (voire supérieure) que l'interface de gel/dégel est source de difficulté. De plus, l'information n'est accessible que d'un côté de l'échantillon. Une technique acoustique, non perturbatrice et non intrusive, permet d'avoir des résultats de référence nécessaires pour faire progresser la modélisation des différents phénomènes couplés et non-linéaire mis en jeux dans le changement de phase de substance (multiconstituants) en milieu poreux.

Using acoustic system based on sonar principal with adequate algorithm, we can monitor the freeze interface evolution over time. The domain used to model the porous medium is multi-target and induces speckle. The interface cannot be seen a priori as the acoustic impedance break of this interface is at the same order as the targets impedance break. We developed a non-intrusive method based on correlation similar to the short time Fourier analysis in order to find the spatial interface position. The result thus obtained shows that the interface can then be seen clearly. Such results will be used as reference in order to improve the used models of strongly coupled problem involving non-linear phase change (of multi-components substance) in porous media.

## Rachid Bennacer

LEEE-EEVAM 5, mail Gay Lussac Neuville sur Oise 95031 Cergy-Pontoise CEDEX E-mail : Rachid.bennacer@iupgc.u-cergy.fr

es phénomènes de changement de phase se rencontrent dans différents domaines tels que l'océanographie, la géologie, le gel des sols, la métallurgie, le génie des procédés, l'agroalimentaire et également, le stockage d'énergie... L'étude de ces phénomènes a suscité beaucoup de travaux analytiques, numériques et expérimentaux [1-3]. Un regain d'intérêts technique et scientifique est en cours dans le domaine des matériaux poreux qui sont mal connus à ce jour. La modélisation des phénomènes qui s'y produisent (les interactions, les écoulements et les transferts) sur différentes échelles spatiales et temporelles est encore mal maîtrisée. Une des difficultés sur la modélisation résulte du manque d'une base de données physique fiable issue de l'expérimentation. Néanmoins, il est possible de la construire, mais à coût exorbitant. Une autre difficulté expérimentale est la conséquence directe de l'opacité de ces milieux poreux qui rend plus difficile l'observation des phénomènes qui s'y développent.

L'étude de la congélation (ou le dégel) de milieux poreux, saturés ou non, peut-être abordés, en fonction de degré de finesse, par différentes approches :

- approche physico-chimique, aux échelles des interactions moléculaires et des phénomènes d'absorption sur une couche limite (adsorption),

- approche thermodynamique-physique à l'échelle intermédiaire, au niveau du pore,

- approche macroscopique à l'échelle industrielle par la mécanique et la thermique.

Dans ce travail, nous nous concentrerons sur la deuxième approche.

Parallèlement, différentes techniques métrologiques, conductimétrie, résonance magnétique nucléaire, calorimétrie différentielle et acoustique, ont été utilisées pour déterminer certaines propriétés des milieux poreux soumis au gel. La méthode que nous avons développée utilise l'acoustique en raison de critères de coût, de facilité de mise en œuvre et de son caractère non destructif et non perturbateur. De plus, elle autorise l'étude continue du milieu au cours d'un processus thermique.

La méthode acoustique présente diverses variantes : - une approche en émission qui consiste à émettre une onde de pression d'un côté d'un échantillon et à détecter cette onde après propagation, de l'autre coté du milieu, - une approche en réflexion qui consiste à émettre et à recevoir

l'information acoustique du même coté de l'échantillon.

Cette dernière technique est très utile dans les situations où l'on n'a accès qu'à l'une des frontières du système à étudier [4-5] ou que ce dernier soit très fortement atténuant. Les techniques de traitement des signaux reçus, affectés par le milieu, permettent la caractérisation de ce dernier par des mesures soit de célérité, soit d'atténuation de l'onde [6]. Les précédents traitements nous renseignent sur les paramètres globaux mais ne suffisent pas à déterminer la position du front de changement de phase au cours du temps. Or ce résultat est utile à la constitution de la base de données expérimentale pour la validation des modèles thermodynamiques. Nous présentons dans cet article les résultats que nous avons obtenus pour le suivi d'une interface eau/air ou eau/glace dans un milieu à très forte granulométrie.

Notre travail a consisté, dans un premier temps, à construire le dispositif expérimental et à établir l'algorithme de traitement acoustique qui permet l'analyse spatio-temporelle d'une interface de fusion ou de solidification. L'établissement et l'optimisation du traitement ont été réalisés et comparés dans une configuration physique (choix de la géométrie et des conditions aux limites thermiques) pour laquelle une solution semi-analytique existe.

### Dispositif expérimental



Fig. 1 : Dispositif expérimental

Le système expérimental (figure 1) est composé d'un générateur d'impulsions. Ce dernier délivre une tension maximale de 300 volts à un transducteur plan. Nous avons expérimenté le système avec divers transducteurs dont les fréquences centrales varient de 1 MHz à 5 MHz. Le système fonctionnant en mode émission-réception, l'onde ultrasonore se propage dans le milieu et, à chaque rupture d'impédance, une partie de l'énergie émise est rétro-diffusée vers le même transducteur qui fonctionne alors en récepteur. Le signal électrique ainsi obtenu, appelé classiquement ligne A [7], est la réponse de toutes les constructions des ondes revenant vers le transducteur. Le milieu à étudier est placé dans un tube à une distance supérieure à la limite Fresnel-Franhöffer. Entre le transducteur et le milieu, l'onde se propage dans de l'eau. Un oscilloscope numérique enregistre le signal de réception et les informations obtenues sont ensuite traitées à l'aide d'un micro-ordinateur. Pour les résultats présentés ici, le milieu est constitué d'un ensemble de billes juxtaposées de façon jointive, noyées dans de la glace ou de l'eau. Les billes ont toutes le même diamètre, celui-ci allant de quelques millimètres à un centimètre pour diverses expérimentations. Pour assurer le contrôle en température (fusion ou solidification) la face inférieure du domaine est un échangeur en «cuivre» relié à un cryothermostat. Un traitement de signal doit permettre d'extraire le signal utile (front de congélation mobile) du bruit et des signaux issus des multiples ruptures d'impédances acoustiques introduites par les agrégats fixes.

#### Résultats obtenus

Pour la clarté et la maîtrise du phénomène, des essais préliminaires ont été conduits sur la détection de l'interface eau/air en absence du milieu poreux et de changement de phase. La figure 2 représente la forme temporelle du signal, ligne A, obtenue dans ce cas : l'écho de plus forte amplitude, correspond à l'interface de la plaque entre le transducteur et le domaine. Cet écho nous donne la limite du milieu à étudier. Il est aisé d'identifier les multiples réflexions de la plaque ainsi que de l'interface eau/air [7] comme représentées et schématisées sur la figure 2.



Fig. 2 : Problème biphasique : (a) signal temporaire enregistré et (b) schéma du principe de la propagation d'onde

Après ce test préliminaire, un milieu poreux est réalisé par un empilement de billes de verre jointives de même diamètre et dont les interstices sont remplis d'eau et d'air. La figure 3 montre l'évolution temporelle du signal extrêmement bruité dû aux multiples réflexions (speckle) pour deux niveaux distincts d'eau. L'examen d'une ligne A (figure 3) montre qu'il est impossible de déterminer la position de cette interface à cause du speckle [8] induit par les cibles diffusantes que sont les billes.



Fig. 3 : Deux lignes A pour différents niveaux d'eau

La position temporelle de l'écho provoqué par la rupture d'impédance à l'interface eau/air a été déterminée grâce à l'analyse de deux lignes A obtenues avec deux positions de l'interface.

Le domaine ainsi considéré est multi-source et induit un fort speckle. L'interface eau/air n'est pas visible a priori à cause des ruptures d'impédances au niveau de chaque bille induisant une onde ultrasonore non cohérente. Les différents points sources entraînent des constructions-destructions sous forme de speckle comme en imagerie ultrasonore B [9]. La détection de l'interface devient difficile voire impossible. Cette détection n'est pas améliorée par une moyenne de plusieurs lignes A, à cause du caractère déterministe des interférences (non aléatoire).

Étant donné que le dispositif expérimental fonctionne en émission-réception, l'onde se propage selon un chemin type aller-retour. Pendant le trajet aller, l'onde rencontre des cibles qui provoquent par retour inverse un speckle invariant avec la position de l'interface eau/air. Pendant le trajet retour, la construction d'ondes provoquant la création du speckle est dépendante de la distance parcourue jusqu'à l'interface. Si l'interface se déplace, par exemple lorsque la glace fond ou parce que le niveau d'eau a changé, le speckle est modifié. Comme on recherche la position de l'interface eau/air noyée dans ce milieu poreux, une ligne A résultant du trajet aller retour d'une onde ultrasonore peut être décomposé en deux parties (a) et (b) correspondant respectivement aux réponses du milieu avant l'interface et après. Avec le déplacement du niveau de l'interface seul le speckle des cibles placées après l'interface change de manière significative. Pour détecter la précédente position de l'interface, l'une des possibilités réside dans la ressemblance entre les deux parties (a) et (b) de deux lignes consécutives. L'opérateur choisi pour la mesure de ressemblance est la corrélation [10]. Ce coefficient nous informe sur la ressemblance globale des deux signaux mais ne nous renseigne pas sur les ressemblances partielles. Comme l'aspect local au sens strict est irréalisable puisqu'il faut un certain nombre d'échantillons pour pouvoir calculer ce coefficient de corrélation, on le calcule sur un nombre d'échantillons limités. On définit une fenêtre contenant un certain nombre de points de poids statistique suffisant, et on déplace cette fenêtre tout au long de deux lignes A (figure 4). Cet algorithme sera nommé «short time corrélation analysis» (STCA) [11]. Cet algorithme est testé sur deux lignes A consécutives et le résultat, coefficient de dissemblance (1- $\rho(t)$ , est illustré par la figure 4.



Fig. 4 : Dissemblance locale sur deux lignes A

Cette figure montre l'évolution du coefficient de dissemblance local (1-p(t)) en fonction du temps (donc de la distance). On distingue alors clairement la position de l'interface identifiée par le changement brusque du coefficient de dissemblance quand le niveau de l'eau change au cours du temps. Ceci montre la robustesse de l'algorithme proposé.

Il est à signaler que le nombre de points (par fenêtre) affecte l'exactitude du positionnement de l'interface. Un compromis est nécessaire sur le nombre de points par fenêtre de corrélation car l'accroissement de ce nombre améliore le poids statistique du traitement (filtrage) mais a contrario, il lisse la transition au niveau de l'interface et donc réduit la précision de localisation du front. Dans une seconde expérience, on rajoute par congélation une interface eau/glace. Initialement, le domaine 'eau/bille' est à une température de 10°C. À un instant donné on applique une température froide de –20°C au niveau de la frontière inférieure ce qui provoque l'évolution du front de gel au cours du temps. La figure 5 représente cette évolution : chaque ligne verticale représente la profondeur d'auscultation et la valeur de dissemblance (1-q(x)) correspondante est exprimée en dégradé de couleurs. Cette ligne verticale (multicolore) correspond à ce qui est représenté sur la figure 4 et la position du front de gel se manifeste par le changement brusque de couleur. La conversion du temps (t) en profondeur (x) est faite sur la base de la célérité de l'onde au travers du milieu poreux par la théorie de Biot [12].



Fig. 5 : Images de l'évolution spatiale de l'interface au cours du temps pour différentes tailles de fenêtres : (a) 10 points, (b) 50 points et (c) 100 points, ainsi que la consigne en température appliquée en bas du domaine (d)

Cette figure 5 montre nettement l'apparition et l'évolution temporelle de l'interface eau-glace après l'imposition de la température froide TF. L'effet du nombre de points par fenêtre (pour la corrélation locale) sur cette évolution temporelle est également illustré et l'on retrouve le compromis netteté/ finesse de résolution spatiale énoncée dans le précédent paragraphe.

L'ensemble des points représentant les positions détectées (x<sub>interface</sub>), au cours du temps (τ), est ajusté par l'expression :

$$x_{\text{interface}} = 0,61\sqrt{\tau - 110}$$

Dans cette expression xinterface est la distance frontéchangeur exprimée en mm et  $\tau$  est le temps en s. Ce résultat expérimental est à comparer avec la solution analytique de Stéfan [9] établie dans le cas d'un changement de phase dans un domaine monodimentionnel. L'évolution théorique au cours du temps est donnée par la relation [13] :

$$x = 2\lambda \sqrt{\alpha \tau}$$

 $\alpha$  est la diffusivité thermique équivalente,  $\lambda$  est un facteur qui résulte des conditions aux limites et des propriétés thermophysiques [14]. Dans nos conditions expérimentales,  $2\lambda\sqrt{\alpha\tau} = 0.6$ , valeur à comparer avec 0,61 obtenue avec l'algorithme de «short time corrélation analysis». Il existe néanmoins une différence dans l'expression sous la racine qui s'explique par le fait qu'il faut un temps d'installation des conditions thermiques (expérimentalement) soit pratiquement 2 minutes.

#### Conclusions

L'algorithme «short time correlation analysis» permettant la détection d'une interface de changement de phase liquide/ solide en déplacement, a été montré, et ce, même en domaine poreux à fort speckle. On a montré la pertinence de l'opérateur de dissemblance local, néanmoins une analyse systématique sur des milieux réels ainsi que sur l'effet de la taille de la fenêtre sur la résolution spatio-temporelle reste à faire. Ces résultats montrent la nécessité d'avoir un échantillonnage d'acquisition de l'ordre de 20 points par période afin d'avoir un bon poids statistique. De plus, seuls les déplacements de l'interface qui sont supérieurs à une longueur d'onde, sont observables. Les domaines d'application envisageables, en plus du geldégel sont :

- Le contrôle de processus de production tel que l'élaboration de matériaux composites ou dans des systèmes de sûreté tel qu'en métallurgie concernant l'érosion des parois en briques réfractaires (interface liquide/solide) des bains.

- L'analyse et la détermination des points critiques de développement d'instabilités d'écoulement multiphasiques (eau-gaz) au travers de milieux poreux.

- La détermination des dimensions des éléments constituants (tailles des billes). L'analyse du spectre du signal à l'aide d'une FFT a mis en évidence des raies en fréquence indépendante de la fréquence centrale du transducteur utilisé, par contre les raies sont étroitement liées au diamètre des billes. En effet, une bille constitue une cavité résonnante dont les fréquences de résonance sont déterminées par la célérité dans le matériau la constituant et par ses dimensions.

#### **Références bibliographiques**

[1] G. Gioda, L. Locatelli F. Gallavresi, "A numerical and experimental study of the artificial freezing of sand," Can. Geothech. J., Vol. 31, pp. 1-11, 1994.

[2] W. Z. Cao, D. Poulikakos, "Transient solidification of binary mixture in an inclined rectangular cavity", Journal of Thermophysics and Heat Transfer, Vol. 6, n° 2, pp. 326-332, 1992.

[3] E. Laplace, P. Laugier, A. Saied and G. Berger; "À new device for ultrasonic monitoring of cryosurgery", in IEEE Ultrasonics Symposium, Proceedings, 1994 pp. 1581-1584.

[4] E. Laplace, Contrôle ultrasonore de la cryochirurgie, Thèse, Univ. Paris 6 France, 1997.

[5] N. M. Bilgutay, Split spectrum processing for flaw to grain echo enhancement in ultrasonic detection, Ph. D. Thesis Purdue University, USA TR-EE 81-20, 1981.

[6] P. Karpur, P. M. Shankar, J. L. Rose and V. L. Newhouse, "Split spectrum processing: determination of the available bandwidth for spectral splitting", Ultrasonics, Vol. 26, pp. 204-209, 1988.

[7] K. Daher, M. Gindre, J.-Y. Le Huérou, R. Bennacer, H. Beji, "Short time correlation analysis in porous medium", in IEEE Ultrasonics Symposium Proceedings, pp. 819-822, 1997.

[8] Q. Tian, N. M. Bilgutay, "Statistical analysis of split spectrum processing for multiple target detection", IEEE trans. on UFFC, Vol. 45, n° 1, pp. 251-256, 1998.

[9] R. F. Wagner, "Statistics of speckle in ultrasound B-scans", IEEE Trans. on Ultrason., US30, n° 3, pp. 156-163, 1983.

[10] J. Max, Méthode et techniques de traitement du signal et applications aux mesures physiques Ed. Dunod, Paris France, 1987.

[11] R. Bennacer, M. Gindre, J-Y. Le Huerou, S. Serfaty, Validation of The Short Time Correlation Analysis, IEEE International Ultrasonics Symposium, Japon -Oct., 1998.

[12] D. L. Johnson and T.J. Plona, "Acoustic slow waves and the consolidation transition", J. Acoust. Soc. Am., Vol. 72, n° 2, pp. 556-565, 1982.

[13] H. S. Carslaw, J. C. Jaeger, "Conduction of Heats in Solids", Oxford University Press, 282-296, 1959.

[14] M. Benzadi, R. Duval, R. Bennacer, H. Beji, "An analytical model for some change phase problems in bounded domains compared with numerical and experimental results", Internationnal Symposium on Advances in Computational Heat Transfer, Izmir Turkey, 59-62, 26-30 May, 1997.