HAL
open science

Détermination de l'atténuation ultrasonore d'une huile silicone et estimation de la viscosité

Naïm Samet, Pierre Marechal, Hugues Duflo

To cite this version:

Naïm Samet, Pierre Marechal, Hugues Duflo. Détermination de l'atténuation ultrasonore d'une huile silicone et estimation de la viscosité. 10ème Congrès Français d'Acoustique, Apr 2010, Lyon, France. hal-00541470

HAL Id: hal-00541470

https://hal.science/hal-00541470

Submitted on 30 Nov 2010

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

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

10ème Congrès Français d'Acoustique
Lyon, 12-16 Avril 2010

Détermination de l'atténuation ultrasonore d'une huile silicone et estimation de la viscosité

Naïm Samet[1], Pierre Maréchal[1], Hugues Duflo[1]

[1] LOMC FRE CNRS 3102, FANO FR CNRS 3110, Université du Havre, Laboratoire Ondes et Milieux Complexes
Place Robert Schuman, 76610 Le Havre. {naim.samet, pierre.marechal, hugues.duflo}@univ-lehavre.fr

Dans le cadre d'une étude portant sur le suivi de polymérisation de matériau composite, une étude est réalisée sur des huiles de viscosité calibrée. La viscosité des fluides est liée aux phénomènes dissipatifs décrits en mécanique des fluides. Elle est mesurable notamment par une sollicitation périodique en cisaillement (fréquence de l'ordre du Hz). Ces phénomènes dissipatifs peuvent se mesurer au moyen d'ondes ultrasonores (fréquence de l'ordre du MHz). Pour cela, un dispositif expérimental approprié aux futures conditions de mesure est proposé. Le fluide étudié est placé entre 4 cm de verre et une plaque épaisse d'aluminium. L'épaisseur du fluide est de l'ordre de 6 mm. Les incertitudes liées aux conditions expérimentales sont quantifiées et leur incidence sur la précision de la mesure est discutée. Les résultats des deux mesures, mécanique et ultrasonore, sont confrontés et une corrélation est établie entre les résultats de trois huiles de viscosité calibrée. Ces données sont alors utilisées afin de déterminer la viscosité d'un fluide par la méthode ultrasonore.

1 Introduction

La mesure de vitesse et d'atténuation par des méthodes ultrasonores renseigne sur les propriétés élastiques des matériaux. Ces paramètres ont leur importance dans le domaine biomédical, en contrôle non destructif (CND) ou évaluation non destructive (END) [1, 2]. Par ailleurs, le suivi de ces paramètres renseigne directement sur l'évolution des propriétés élastiques au cours du temps : durcissement, amollissement, fatigue [3]. En particulier, le suivi de polymérisation de résine peut être observé au niveau de l'évolution des propriétés de vitesse et d'atténuation ultrasonore. Une des méthodes consiste à évaluer des propriétés dans le domaine temporel à partir de deux échos par des mesures de temps de vol et de rapport d'amplitude, mais celle-ci omet le contenu spectral du signal. Une autre méthode consiste à exprimer ces propriétés en fonction du rapport spectral de deux échos, auquel cas les évolutions fréquentielles de vitesse et d'atténuation peuvent être observées.

Pour de nombreux matériaux (solides et fluides), l'atténuation ultrasonore évolue en fréquence selon une loi puissance : $\alpha_L(f) = \alpha_0 . f^n$, avec f est la fréquence, f_0 est la fréquence de référence, $\alpha_L(f)$ est l'atténuation, n est le paramètre puissance avec $1 \leq n \leq 2$. Pour une évaluation précise des propriétés acoustiques, les effets de la diffraction doivent être compensés [4]. L'objectif de cet article est de mesurer expérimentalement les vitesses de propagation et les atténuations ultrasonores dans une même catégorie d'huiles possédant des viscosités différentes. Pour mesurer ces propriétés acoustiques, un dispositif expérimental adapté aux conditions réelles de polymérisation d'une résine est proposé.

L'article est décomposé en trois parties : la première présente les équations permettant de mesurer les propriétés acoustiques, la deuxième partie décrit la configuration expérimentale proposée. Dans la troisième partie, les résultats obtenus sont comparés pour trois huiles silicones de viscosité différentes.

2 Théorie

2.1 Vitesse et atténuation

La configuration considérée est la suivante : le faisceau ultrasonore généré par le transducteur mono-élément linéaire est cylindrique. Le transducteur est en contact avec la plaque de verre considérée comme homogène et isotrope, l'onde incidente se propage en incidence normale par rapport à la plaque de verre rencontre l'interface verre-huile silicone dont les deux interfaces en amont et en aval du faisceau sont parallèles. Dans un fluide atténuant, le nombre d'onde de l'onde longitudinale (L) est désigné par :

$$k_L(f) = \frac{2\pi f}{c_L(f)} + j\alpha_L(f) = \frac{2\pi f}{c_L(f)\left(1 + j\delta_c(f)\right)} \qquad (1)$$

où ω est la pulsation de l'onde incidente, $c_L(f)$ est la vitesse longitudinale dans l'huile silicone, $\alpha_L(f)$ est l'atténuation des ondes ultrasonores dans le fluide et $\delta_c(f)$ représente les pertes sur $c_L(f)$ liées à l'atténuation.

Soient $s_{1r}(t)$ et $s_{2r}(t)$ les deux signaux réfléchis correspondant respectivement au premier et au deuxième aller-retour dans la couche de fluide (2), tels qu'ils sont représentés sur la Figure 1 :

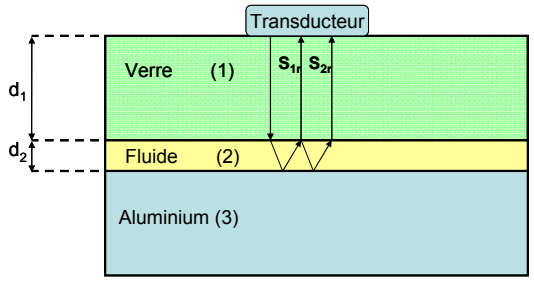

Figure 1 : Configuration expérimentale pour la mesure de la vitesse longitudinale et de l'atténuation.

En se basant sur le modèle de transmission linéaire à travers des plaques fluides, les spectres des signaux temporels $s_{1r}(t)$ et $s_{2r}(t)$, notés $S_{1r}(f)$ et $S_{2r}(f)$ sont [5]:

$$S_{1r}(f) = A.e^{jk_L(f)2d_2}.T_{12}.R_{23}.T_{21} \quad (2)$$

$$S_{2r}(f) = A.e^{jk_L(f)4d_2}.T_{12}.R_{23}.R_{21}.R_{23}.T_{21} \quad (3)$$

où A est l'amplitude du signal, d_2 est l'épaisseur du fluide, T_{pq} et R_{pq} sont respectivement les coefficients de transmission et de réflexion lorsque le faisceau ultrasonore est incident du milieu d'indice p vers le milieu d'indice q. Ils sont définis par :

$$T_{pq} = \frac{2Z_q}{Z_q + Z_p} \quad (4)$$

$$R_{pq} = \frac{Z_q - Z_p}{Z_q + Z_p} \quad (5)$$

où $Z_i = \rho_i.c_{L,i}$ est l'impédance acoustique avec ρ_i la masse volumique et $c_{L,i}$ la vitesse longitudinale du milieu d'indice i, considérée réelle et constante dans la gamme de fréquence utile. Comme le précise l'équation (1), les vitesses peuvent être considérées complexes du fait de l'atténuation, auquel cas, les coefficients de transmission T_{pq} et de réflexion R_{pq} le sont aussi.

La fonction de transfert entre les spectres $S_{1r}(f)$ et $S_{2r}(f)$ est donnée par :

$$T(f) = \frac{S_{2r}(f)}{S_{1r}(f)} = e^{+j2\pi f\frac{2d_2}{c_L}}.e^{-2d_2.\alpha_L}.R_{21}.R_{23} \quad (6)$$

Dans cette équation, il ne reste que les coefficients de réflexion R_{21} et R_{23} (les coefficients de transmission T_{12} et T_{21} présents dans les équations (2) et (3) se simplifient). Afin d'estimer les contributions des coefficients de réflexion R_{21} et R_{23}, les propriétés des matériaux constituant la structure étudiée ont été mesurées. En particulier la vitesse longitudinale c_L a été mesurée par temps de vol et les pertes δ_c a été évaluée par un rapport d'amplitude. Les valeurs sont résumées dans le Tableau 1 qui suit :

Matériau	Verre (1)	Huile (2)	Aluminium (3)
ρ (kg/m^3)	2215	965	2700
c_L (m/s)	5550	980	6375
δ_c (%)	0,06	0,16	0,05

Tableau 1: Propriétés des matériaux de la structure étudiée.

Au premier ordre ($\delta_c << 1$), les coefficients de réflexion complexes $R_{pq} = |R_{pq}|(1+j\delta_R)$ [6] s'écrivent en fonction des pertes associées aux vitesses dans chacun des milieux d'incidence p et de réflexion q :

$$R_{pq} = \frac{Z_q - Z_p}{Z_q + Z_p}\left(1 + j\frac{2Z_pZ_q(\delta_{c,q} - \delta_{c,p})}{Z_q^2 - Z_p^2}\right) \quad (7)$$

L'approximation d'un coefficient de réflexion R_{pq} purement réel ($\delta_R << 1$) n'est valide que pour certaines combinaisons de matériaux. Aussi la Figure 2 illustre la valeur relative de la composante imaginaire du coefficient de réflexion δ_R (%) calculée en fonction de propriétés acoustiques des matériaux p et q. En particulier, les points de coordonnées Z_2/Z_1 = 0,077 avec $|\delta_{c,2} - \delta_{c,1}| \approx 0{,}1\%$ et Z_2/Z_3 = 0,055 avec $|\delta_{c,2} - \delta_{c,3}| \approx 0{,}1\%$ correspondant respectivement aux coefficients de réflexion R_{21} et R_{23} indiquent $\delta_R < 0{,}02\%$.

Cela permet donc de valider l'hypothèse de coefficients de réflexion R_{21} et R_{23} purement réels.

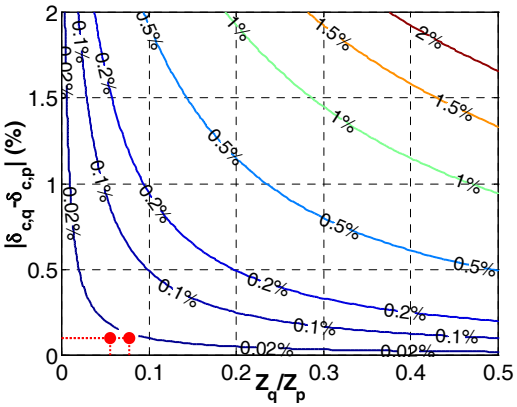

Figure 2 : Composante imaginaire relative du coefficient de réflexion δ_R (%) en fonction de la différence entre les pertes $|\delta_{c,q} - \delta_{c,p}|$ (%) liées à l'atténuation et du rapport d'impédance acoustique Z_q/Z_p des matériaux p et q.

La vitesse de propagation $c_L(f)$ et l'atténuation ultrasonores $\alpha_L(f)$ sont déduites de l'équation de transfert lorsque les effets de diffraction sont négligés. :

$$c_L(f) = 2\pi f\frac{2d_2}{Arg(T(f))} \quad (8)$$

où $$\alpha_L(f) = -\frac{1}{2d_2}\ln\left(\left|\frac{T(f)}{R_{21}.R_{23}}\right|\right) \quad (9)$$

2.2 Diffraction

En tenant compte de la diffraction, la fonction de transfert devient :

$$T_D(f) = e^{+j2\pi f\frac{2d_2}{c_L}}.e^{-2d_2.\alpha_L}.R_{21}.R_{23}.D(f) \quad (10)$$

L'effet de la diffraction [4] est défini par :

$$D(f) = \frac{D_{2r}(f)}{D_{1r}(f)} \quad (11)$$

où $D_{1r}(f)$ et $D_{2r}(f)$ sont respectivement les corrections relatives aux spectres $S_{1r}(f)$ et $S_{2r}(f)$.

Lorsque le rapport $a/\lambda >> 1$ et $d_{eq}/a > 1$, la correction de diffraction est approximée par Lévêque et Rogers [7,8] :

$$D_{ir}(f) = 1 - e^{-j\theta(f)}\left(J_0(\theta(f)) + jJ_1(\theta(f))\right) \quad (12)$$

où J_0 et J_1 sont les fonctions de Bessel ordinaires,

$\theta(f) = 2\pi\frac{L_{nf}(f)}{d_{eq}}$ est la fonction angulaire,

et $L_{nf}(f) = a^2/\lambda = (a^2/c_L).f$ représente la distance limite du champ proche, avec a le rayon du transducteur et λ la longueur d'onde. Dans cette étude, la distance d_{eq} parcourue est un aller-retour sur un trajet dans un premier milieu en verre (1) d'épaisseur d_1 et dans un deuxième milieu fluide (2) d'épaisseur d_2. Selon Jeong et Treiber [9,10], la distance équivalente parcourue dans les milieux (1) et (2) s'écrit :

$$d_{eq} = 2d_1 + \frac{c_{L,2}}{c_{L,1}}2d_2 \times r \quad (13)$$

où d_i, est la distance parcourue par les ondes dans les différents milieux avant d'atteindre le récepteur, $c_{L,i}$ la vitesse longitudinale dans le milieu d'indice (i) et r un entier égal à 1 ou 2 indiquant le nombre d'aller et retour effectué dans l'épaisseur du fluide d_2.

L'expression de l'atténuation s'écrit aussi [7,9,10] :

$$\alpha_L(f) = -\frac{1}{2d_2}\left(\underbrace{\ln\left(\left|T(f)\right|\right)}_{1^{er}\ terme} - \underbrace{\ln\left(\left|R_{21}.R_{23}\right|\right)}_{2^{ème}\ terme} + \underbrace{\ln\left(\left|D(f)\right|\right)}_{3^{ème}\ terme}\right) \qquad (14)$$

D'après l'expression (14), l'atténuation est affectée par les coefficients de réflexion aux interfaces R_{21} et R_{23} (2ème terme) et la diffraction $D(f)$ (3ème terme). Reste à quantifier les importances relatives de ces termes par rapport à celui recherché (1er terme).

En considérant le cas de mesures dans l'huile 47V100 les influences du deuxième et du troisième terme données à la fréquence centrale f_0 sont résumées dans le Tableau 2 :

Terme n	1	2	3
Valeur	189	22	–0,83
Terme n / Terme 1 (%)	–	11,6	0,44

Tableau 2: Quantification et influence des deuxième et troisième termes sur l'atténuation.

D'après le Tableau 2, le deuxième terme est considéré constant et est intégralement pris en compte, tandis que le troisième terme concernant la diffraction a un poids relatif de 0,44%. Par la suite, la correction de diffraction est systématiquement prise en compte.

3 Configuration expérimentale

3.1 Configuration

La vitesse et l'atténuation ultrasonores sont deux propriétés d'une importance considérable dans la théorie acoustique, afin de pouvoir caractériser ces deux paramètres dans les échantillons fluides, on a placé entre deux plaques l'une en verre et l'autre en aluminium les trois échantillons. L'épaisseur de la plaque du verre a été choisie de façon qu'on puisse récupérer au moins un écho d'huile entre deux échos successifs d'aller et retour dans le verre.

À l'aide d'un joint étanche d'épaisseur 6 mm l'étanchéité du dispositif est assurée Figure 1. On a commencé par caractériser ces deux plaques dans les mêmes conditions de mesures. La vitesse de propagation dans les deux plaques est déterminée à l'aide d'un transducteur mono-élément de fréquence centrale 15 MHz et de diamètre 6,35 mm. Connaissant les propriétés acoustiques du verre milieu (1) et de l'aluminium milieu (3), un dispositif permettant de caractériser le milieu fluide (2) est mis en œuvre.

3.2 Temps de vol

Les ondes traversant les milieux (1), (2), puis (3) sont à la source de réflexions multiples. Les échos utiles et effectivement récupérés sont donc ceux qui traversent le verre et se réfléchissent sur l'interface verre-huile (interface 12) et ceux qui traversent le verre et le fluide et se réfléchissent sur l'interface huile-aluminium (interface 23). La configuration donnée par la Figure 1 est utilisée pour évaluer vitesse (équation (8)) et atténuation (équation (9)) longitudinales dans le fluide [5,11]. Les vitesses $c_L(f)$ ont été déterminées auparavant pour les trois milieux (1), (2) et (3) (Tableau 1) et leur dispersion est faible ($\Delta c_L/c_L < 0{,}1$ %). Cette constatation permet de considérer les coefficients de réflexion R_{21} et R_{23} constants dans la gamme de fréquence de la bande passante du transducteur (Tableau 3).

Référence	47V20	47V100	47V1000
R_{21}	0,859	0,857	0,855
R_{23}	0,897	0,896	0,894

Tableau 3: Coefficients de réflexion pour les huiles testées.

3.3 Correction de diffraction

La correction de diffraction du faisceau $D(f)$ (équation (11)) résulte du rapport entre les corrections de diffraction sur un aller-retour $D_1(d_{1r}, f)$ et deux aller-retour $D_2(d_{2r}, f)$ (équation (12)). Ce rapport de deux corrections a un effet minime sur les mesures de vitesse c_L et d'atténuation α_L, tel que l'illustre la Figure 3 pour l'huile de référence "47V100".

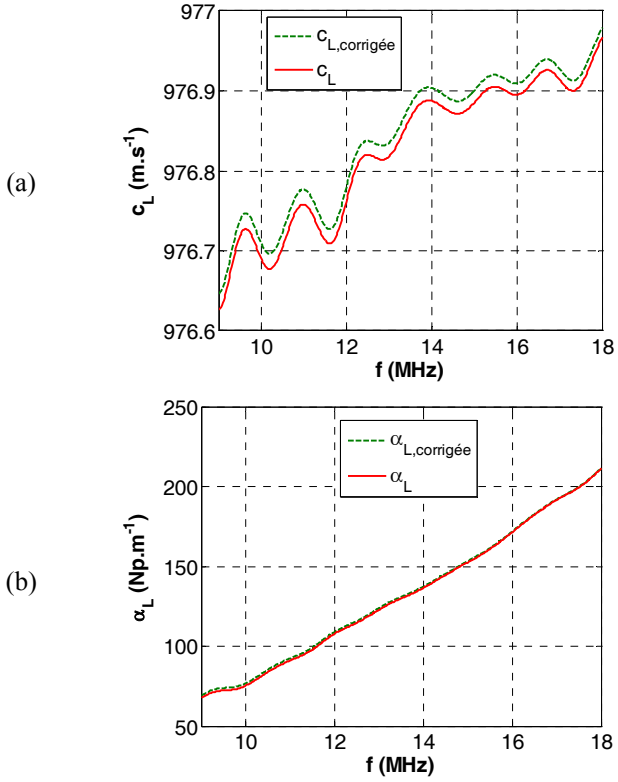

Figure 3 : Courbes avant (rouge continu) et après correction de la diffraction (vert pointillé) (a) vitesse longitudinale et (b) atténuation dans l'huile silicone "47V100".

4 Mesure de vitesse et atténuation

4.1 Répétabilité et variabilité de mesures

Toutes les mesures ont été effectuées dans une gamme de fréquence comprise entre 9 et 18 MHz correspondant à la bande passante du transducteur de fréquence centrale 15 MHz, dans les mêmes conditions normales de température et de pression. Les trois huiles testées sont des huiles silicones de références "47V20", "47V100" et "47V1000" dont l'indice de viscosité qui suit la lettre "V" indique la valeur de la viscosité en mPa.s. Les valeurs de viscosité indiquées sont caractéristiques d'un fluide dit newtonien. En particulier, cela signifie que les fréquences utilisées pour la mesure viscosité se situent sur le plateau newtonien, tandis que les mesures ultrasonores se trouvent au-delà de la première fréquence de relaxation [12].

Les caractéristiques des trois huiles utilisées sont données par le fournisseur et résumées dans le Tableau 4 :

Référence	47V20	47V100	47V1000
ρ (kg/m^3) à 25°C	950	965	970
η (Pa.s) à 25°C	0,02	0,10	1,00

Tableau 4: Propriétés des huiles testées.

La Figure 4 montre la variabilité sur dix mesures de la vitesse moyenne dans les trois fluides de caractéristiques différentes en fonction de la fréquence, les courbes étant obtenues à partir de l'équation (8). Les incertitudes sur les dix mesures effectuées sont représentées par des barres :

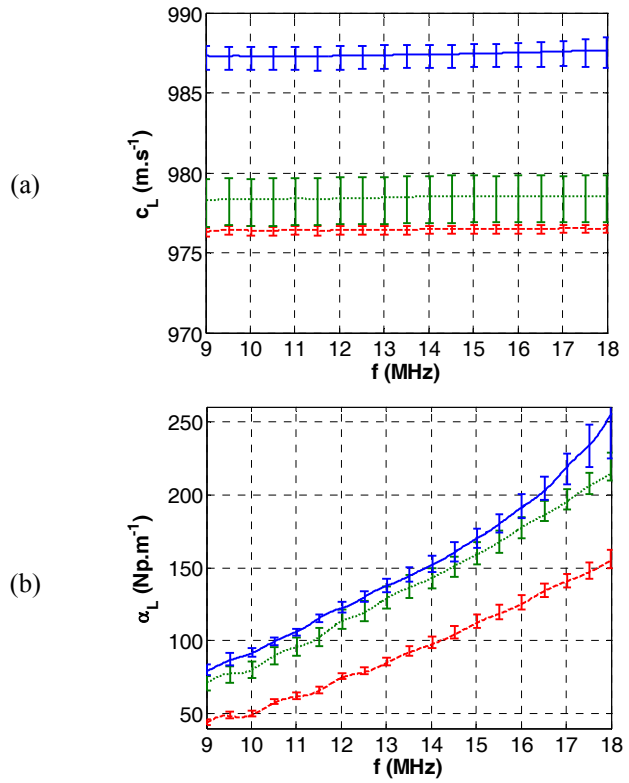

Figure 4: (a) Vitesse longitudinale et (b) atténuation dans la bande de 9 à 18 MHz, pour les trois références d'huile relevées 47V20 (tiret rouge), 47V100 (pointillé vert), 47V1000 (continu bleu).

Les erreurs de mesure semblent liées aux conditions expérimentales à l'instant de l'acquisition. Les sources de perturbation sont multiples : épaisseur de gel couplant, pression exercée sur le transducteur, qualité du contact, micro-bulles, variations de température…

La différence de pression et la quantité de couplant appliquées au transducteur sont souvent à l'origine de ces erreurs de mesure. Néanmoins, le pourcentage d'erreur est faible et permet de confirmer la reproductibilité de notre procédé expérimental. Les valeurs moyennes relevées dans la gamme de fréquence de 9 à 18 MHz sont résumées dans le tableau Tableau 5 suivant :

Référence	47V20	47V100	47V1000
$\Delta c_L/c_L$(%)	0,024	0,130	0,062
$\Delta\alpha_L/\alpha_L$	5,37	3,98	3,76

Tableau 5 : Erreurs relatives sur les vitesse et atténuation mesurées de 9 à 18 MHz.

4.2 Ajustement

D'après la Figure 4 (b) qui illustre l'atténuation en fonction de la fréquence des trois huiles, l'atténuation $\alpha_L(f)$ peut être ajustée par des fonctions puissance [13,14] :

$$\alpha_L(f) = \alpha_0 f^n \qquad (15)$$

où $\alpha_0$et n sont caractéristiques du milieu.

L'expression (15) est mise sous sa forme logarithmique afin d'effectuer un ajustement linéaire pour déterminer les deux coefficients caractéristiques de chaque huile :

$$\log(\alpha_L(f)) = \log(\alpha_0) + n\log(f) \qquad (16)$$

où n devient la pente de la courbe semi-logarithmique et $\log(\alpha_0)$ l'abscisse à l'origine. Les courbes expérimentales moyennes sont ajustées et présentées avec leurs fonctions caractéristiques sur la Figure 5 :

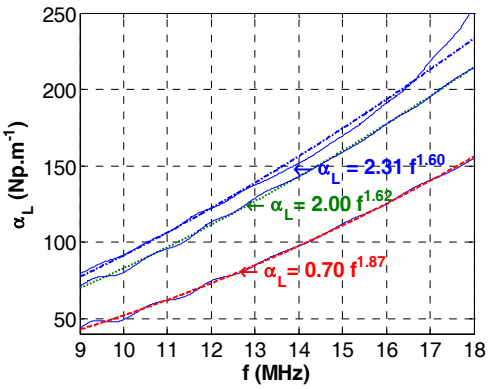

Figure 5 : Ajustement des courbes à l'aide des fonctions de type $\alpha_L(f) = \alpha_0.f^n$ Les courbes expérimentales sont présentées en bleu et leurs ajustements par des fonctions puissance sont représentés pour les références "47V20" (tiret rouge), "47V100" (pointillé vert) et "47V1000" (tiret-pointillé bleu).

Les résultats de caractérisation des trois huiles sont résumés dans le Tableau 6. D'après ce tableau, le paramètre α_0 est croissant en fonction de la viscosité, tandis que le paramètre n est décroissant. Ces valeurs sont expérimentales et leur signification physique reste sujette à discussion [1]. Cependant, la cohérence donnée par les trois mesures justifie un rapport entre ces paramètres et l'atténuation ultrasonore du fluide.

Référence	47V20	47V100	47V1000
ρ (kg/m3)	950	965	970
η (Pa.s)	0,02	0,10	1,00
α_0 (Np.m^{-1}.MHz^{-n})	0,70	2,00	2,31
n	1,87	1,62	1,60

Tableau 6 : Paramètres α_0 et n caractéristiques des huiles.

5 Conclusion

Une méthode de mesure de la vitesse et de l'atténuation a été développée en tenant compte de l'effet de diffraction dans le cas de trois fluides de viscosités différentes. Cette méthode a permis d'estimer quantitativement le lien entre la viscosité et l'absorption ultrasonore dans les fluides. En particulier, un rapport a été établi entre la viscosité et les paramètres d'ajustement de la fonction puissance de type $\alpha_L(f) = \alpha_0.f^n$ sur l'atténuation ultrasonore dans une même famille de fluides visqueux.

Références

[1] Bamber J.C., Hill C.R., "Acoustic properties of normal and cancerous human live - i. dependence on pathological condition", *Ultrasound in Med. & Biol.* 7, 121-133 (1981).

[2] Papadakis E.P., "Ultrasonic measurements & devices", *Academic Press*, 1976.

[3] Rokhlin S.I., Lewis D.K., Graff K.F., Laszlo A., "Real-time study of frequency dependence of attenuation and velocity of ultrasonic waves during the curing reaction of epoxy resin", *J. Acoust. Soc. Am.* 79, 1786-1793 (1986).

[4] Temsamani A.B., Vandenplas S., Lumöri M.L.D., Van Biesen L., "Experimental validation for the diffraction effect in the ultrasonic field of piston transducers and its influence on absorption and dispersion measurements", *IEEE Trans. Ultrason. , Ferroelect., Freq. Contr.* 48, 547-559 (2001).

[5] Wang H., Cao W., "Characterizing ultra-thin matching layers of high-frequency ultrasonic transducer based on impedance matching principle", *IEEE Trans. Ultrason. , Ferroelect., Freq. Contr.* 51, 211-215 (2004).

[6] Razansky D., Einziger P.D., Adam D.R., "Effectiveness of acoustic power dissipation in lossy layers", *J. Acoust. Soc. Am.* 116, 84-89 (2004).

[7] Lévêque G., Rosenkrantz E., Laux D., "Correction of diffraction effects in sound velocity and absorption measurements", *Measurement Science and Technology* 18, 3458-3462 (2007).

[8] Rogers P.H., Van Buren A.L., "An exact expression for the Lommel-diffraction correction integral", *J. Acoust. Soc. Am.* 55, 724-728 (1974).

[9] Jeong H., Hsu D.K., "Experimental analysis of porosity-induced ultrasonic attenuation and velocity change in carbon composites", *Ultrasonics* 33, 195-203 (1995).

[10] Treiber M., Kima J.Y., "Correction for partial reflection in ultrasonic attenuation measurements using contact transducers", *J. Acoust. Soc. Am.* 125, 2946-2953 (2009).

[11] Kushibiki J., Akawa M., "Diffraction effects on bulk-waves ultrasonic velocity and attenuation measurement", *J. Acoust. Soc. Am.* 108, 564–573 (2000).

[12] Joshi Y.M., Lele A.K., Mashelkar R.A., "Slipping fluids: a unified transient network model", *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* 89, 303-335 (2000).

[13] He P., "Experimental verification of models for determining dispersion from attenuation", *IEEE Trans. Ultrason. , Ferroelect., Freq. Contr.* 46, 706-714 (1999).

[14] Szabo T.L., "Causal theories and data for acoustic attenuation obeying a frequency power law", *J. Acoust. Soc. Am.* 97, 14-24 (1995).