

Dispositif d'acousto-élasticité dynamique pour l'évaluation des propriétés viscoélastiques dans des matériaux fluides à solides.

C. Trarieux¹, M. Defontaine¹, H. Moreschi¹, Alex Poulin², J-F Tranchant², S. Callé¹

¹ Inserm U930 Equipe 5, Université François-Rabelais, 10 bd Tonnellé, 37 032 Tours cedex 02

² LVMH Recherche, Département Innovation Matériaux et Technologies, 185 av de Verdun, 45800 Saint Jean de Braye

L'étude des propriétés viscoélastiques des matériaux a longtemps été une discipline réservée plus particulièrement aux domaines de la rhéologie ou de l'analyse mécanique dynamique. Essentiellement focalisées sur la mesure des propriétés rhéologiques de cisaillement des matériaux fluides à pâteux, ces méthodes permettent une caractérisation sans égal des propriétés d'écoulement, de texture ou encore d'étalement, autant de qualificatifs reliant les propriétés mécaniques de la matière à la façon dont celle-ci est utilisée en pratique (fabrication ou utilisation : vernis, peintures, produits cosmétiques ou agroalimentaires, etc...). Cependant, les techniques de rhéologie standard (de cisaillement) rencontrent certaines difficultés de mesure dès lors que la structure même du produit est complexe, c'est-à-dire multiphasique ou fragile (mousses, émulsions), évolutive (processus de transformation), voire inaccessible (produit en cours de fabrication ou dans son packaging, tissus biologiques *in vivo*). En outre, pour certains produits une analyse complémentaire liée aux propriétés de compressibilité ou viscoélasticité de volume peut apporter de précieuses informations structurelles.

Les ondes acoustiques, appelées également ondes élastiques ou mécaniques, sont depuis longtemps un très bon candidat pour tester les propriétés mécaniques de la matière et la littérature à ce sujet en est témoin. Elles ont été déployées aussi bien dans le domaine des applications médicales (échographie, caractérisation tissulaire, élastographie [1-3]) que celui du contrôle non destructif (aéronautique, géophysique). Plus particulièrement, des méthodes d'acoustique non linéaire, bien adaptées aux milieux complexes comportant des hétérogénéités, ont été développées pour la caractérisation granulaire des roches en géophysique, ou la détection de microendommagement en contrôle non destructif des matériaux [4], ainsi que dans le domaine de la santé (renforcement de contraste en imagerie harmonique [5], caractérisation de milieux biologiques [6-8]), et sont aujourd'hui en pleine expansion. Deux secteurs se distinguent : utilisation d'ondes de cisaillement ou d'ondes de compression. Les conditions de propagation des premières sont liées au module élastique de cisaillement, tandis que les secondes sont régies à la fois par les propriétés élastiques de volume (compressibilité) et de cisaillement.

Dans les matériaux fluides (liquides, gels et quelques pâtes), caractérisés par un très faible module élastique de cisaillement (comparativement au module de compression), les ondes de cisaillement sont très vite atténuées. La caractérisation des matériaux requiert alors soit l'utilisation d'ondes très basse fréquence (méthodes d'élastographie ultrasonore dynamique par exemple [1-3,9]), soit l'utilisation d'ondes d'amplitude élevée (ou amplitude finie, méthodes d'acoustique non linéaire type génération d'harmoniques), ou encore des fluides en couches minces (méthodes de résonance – spectroscopie ultrasonore – méthodes utilisant les conditions de réflexion aux interfaces solide/fluide) [10-11]. A l'instar de la rhéologie standard, certaines d'entre elles vont donc permettre de mesurer les modules élastiques et visqueux de cisaillement, mais dans des conditions toujours bien particulières.

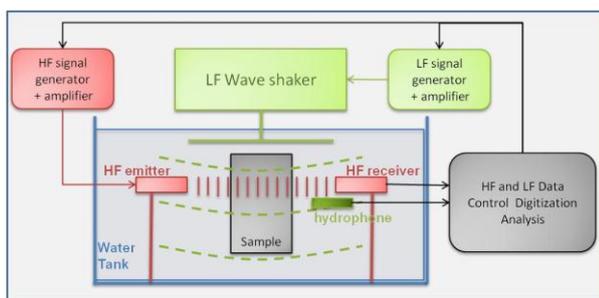


Figure 1: Montage expérimental du dispositif d'acousto-élasticité dynamique. L'échantillon à caractériser est placé au centre de l'interaction du train d'ondes BF (kHz, en vert) et des impulsions HF (MHz, en rouge). Les deux ondes sont enregistrées au niveau de l'hydrophone (BF) et d'un transducteur ultrasonore en regard de l'émetteur pour les impulsions HF. Les variations des temps de propagation et des amplitudes des impulsions ultrasonores (TOFM et RAM) sont calculées pour former les rhéogrammes d'acousto-élasticité dynamique : TOFM et RAM en fonction de l'amplitude instantanée de l'onde BF qui a déformé l'échantillon en compression et dilatation.

On trouve une littérature relativement abondante liée à la rhéologie ultrasonore de cisaillement, mais peu de travaux sont réellement liés à la rhéologie acoustique de volume, les premiers datent des années 50 [12-13]. Nous proposons une nouvelle approche d'acousto-élasticité dynamique (technique non linéaire): DAET (Dynamic AcoustoElastic Testing) [14-16]. Cette méthode (figure 1) est basée sur l'interaction de deux ondes acoustiques longitudinales, une onde basse fréquence (BF) pour comprimer et dilater le milieu (déformation appliquée), et des impulsions ultrasonores haute fréquence (HF) pour sonder les variations des propriétés viscoélastiques de

compression liées au passage de l'onde BF. Elle permet de quantifier les variations des modules viscoélastiques M^* dits de volume ou de compressibilité, c'est-à-dire de calculer les composantes non linéaires de ces modules viscoélastiques ($M^* - M_0^* = \beta^* \times P_{BF} + \delta^* \times P_{BF}^2$). Pour obtenir ces rhéogrammes : $\Delta M = f(P_{BF})$, les variations de la vitesse de propagation (TOFM : Time Of Flight Modulations) et de l'amplitude (RAM : Relative Amplitude Modulations) des impulsions HF sont calculées. Ce sont respectivement les non linéarités viscoélastiques et dissipatives du milieu étudié.

La figure 2 présente des résultats obtenus dans des huiles newtoniennes de viscosité et de composition différentes. On observe une diminution significative du paramètre non linéaire élastique quadratique β lorsque la viscosité de l'huile croît. Sur certaines huiles, une hystérésis est présente signant un déphasage entre la pression BF appliquée et les variations du module viscoélastique [17].

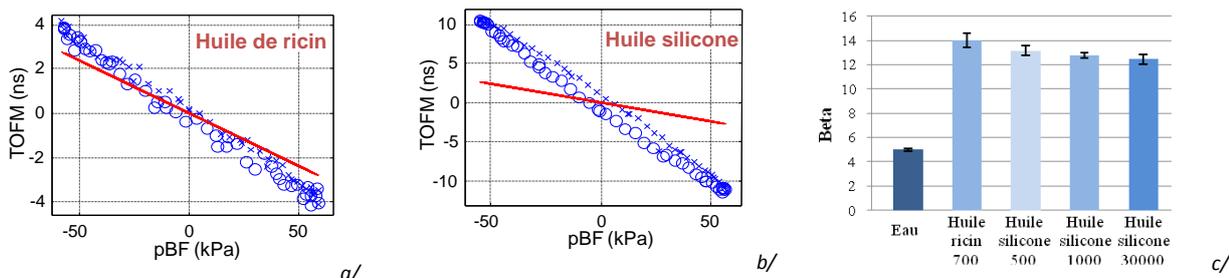


Figure 2: Diagrammes instantanés obtenus dans des huiles newtoniennes. a/ huile de ricin (700 cp), b/ huile silicone (1000 cp). Le graphe c/ présente les coefficients non linéaires élastiques quadratiques (β) pour l'eau, l'huile de ricin, et trois huiles de silicone de viscosité différentes.

Dans les milieux bi-phasiques, comme les solutions de microbulles ou les émulsions, dès lors que les différences de compressibilité sont très importantes, les niveaux de non linéarités acoustiques le sont également. Sur l'exemple de la figure 3, des solutions aqueuses contenant des microbulles de gaz encapsulées dans une enveloppe phospholipidique (diamètre : dizaine de μm) ont montré de très fortes non linéarités acoustiques [18]. La compréhension des phénomènes physiques mis en jeu est plus complexe que dans les fluides homogènes, et le comportement non linéaire observé ne s'explique plus exclusivement par une approche des propriétés viscoélastiques.

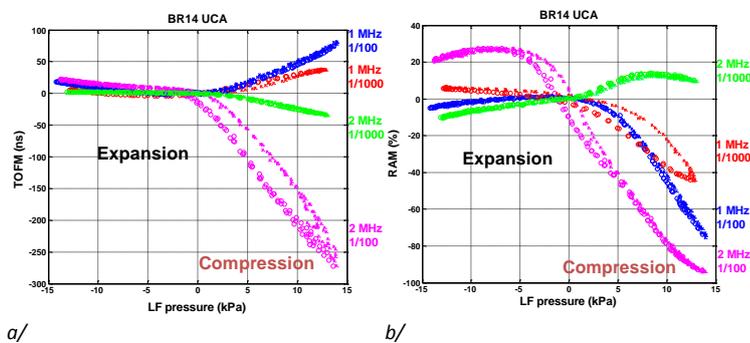


Figure 3: Solutions de microbulles. Diagrammes instantanés des non linéarités viscoélastiques TOFM (a/), et des non linéarités dissipatives RAM (b/) en fonction de la pression hydrostatique BF appliquée. Deux dilutions ont été testées (1/10 et 1/100). La différence de compressibilité entre les deux phases, eau (2.2 GPa) et air (100 kPa), induit de fortes non linéarités acoustiques, marquées par une asymétrie des caractéristiques viscoélastiques en compression ou en dilatation BF, ainsi qu'une hystérésis.

Dans la plupart des matériaux agroalimentaires, cosmétiques, bétons et ciments, ou encore les boues, la composition et la nature des milieux est souvent multiphasique (liquide, solide, gaz), fragile (émulsion ou mousse), ou évolutif, et dans ce contexte, la possibilité d'investiguer les modules viscoélastiques de volume au 1^{er}, 2^{ème} ou 3^{ème} ordre offre une analyse approfondie du comportement dynamique du matériau. La méthode DAET est particulièrement pertinente dans ce contexte de caractérisation. De plus, c'est à notre connaissance la seule méthode capable d'investiguer les propriétés viscoélastiques de volume d'un matériau à la fois en compression et en dilatation durant une même mesure, à partir d'un effort dynamique sinusoïdal. S'appuyant sur les propriétés de compressibilité, cette approche est complémentaire à la rhéologie standard. Enfin, l'utilisation d'ondes acoustiques permet d'envisager un contrôle non destructif, sans contact et en continu d'un produit en cours de fabrication sur une ligne de production industrielle. Elle peut apporter un contrôle de la stabilité / conformité du produit, un suivi d'un processus de transformation de la matière (fermentation, hydratation, gélification ou émulsification) ou d'un vieillissement. Dans cette perspective, un projet de start-up, RHEAWAVE, est en cours d'élaboration.

Remerciements :

Nous tenons à remercier la région Centre, la communauté Européenne (FEDER Viscoélasticité), la société LVMH (Saint-Jean de Braye) et l'Agence Nationale de la Recherche (ANR Emergence, RHEACTIF), pour leur soutien financier dans le développement de ce programme.

Bibliographie :

- [1] Sarvazyan A.P., Rudenko O.V., Swanson S.D., Fowlkes J.B. Emelianov S.Y., *Shear wave elasticity imaging : a new ultrasonic technology of medical diagnosis*, UMB, 24:1419-35, 1998.
- [2] Bercoff J., Tanter M., Fink M., *Supersonic shear imaging: a new technique for soft tissue elasticity mapping*, IEEE tran. Ultraon. Ferroelectr. Freq. Control, 51:396-409, 2004.
- [3] Sandrin L., Fourquet B, Hasquenoph JM, Yon S, Fournier C, Mal F, Christidis C, Ziol M, Poulet B, Kazemi F, Beaugrand M, Palau R., *Transient Elastography: a new noninvasive method for assessment of hepatic fibrosis*, Ultrasound in Med. & Biol., 29:1705-13, 2003.
- [4] Rasolofosaon P, Zinszner B., Johnson P.A., *Propagation des ondes élastiques dans les matériaux non linéaires: aperçu des résultats de laboratoire obtenus sur les roches et des applications possibles en géophysique*, Revue de l'Institut Français du Pétrole, 52(6) :585-608,1997.
- [5] F. Tranquart, J.M. Correas, A. Bouakaz, *Echographie de Contraste: méthodologie et applications cliniques*, Springer-Verlag France ed, 2007.
- [6] M. Muller, et al., *Nonlinear resonant ultrasound spectroscopy (NRUS) applied to damage assessment in bone*, *J Acoust Soc Am*, vol. 118, pp. 3946-3952, 2005.
- [7] Beyer RT, *Parameter of Nonlinearity in Fluids*, *J Acoust Soc Am* 32, pp 719-721, 1960.
- [8] Sarvazyan AP, Chalikian TV, Dunn F, *Acoustic nonlinearity parameter B/A of aqueous amino-acids and proteins*, *J Acoust Soc Am* 88, pp 1555:1561, 1990.
- [9] Bercoff J., Tanter M., Muller M., Fink M., *The role of viscosity in the impulse diffraction field of elastic waves induced by the acoustic radiation force*, IEEE tran. Ultraon. Ferroelectr. Freq. Control, 51:1523-36, 2004.
- [10] O'Neil H.T., *Reflection and refraction of plane shear waves in viscoelastic media*, *Physical Review*, 75(6): 928-935,1948.
- [11] Litovitz T.A., Favis C.M., *Structural and shear relaxation in liquids*, 281-349,*Physical Acoustics: principles and methods*, Vol II, Part A, Properties of gases, liquids, and solutions, 1965.
- [12] Marvin R.S., Aldrich R., Sack H.S., *The dynamic bulk viscosity of polyisobutylène*, *Journal of applied physics*, 25(10):1213-1218,1954.
- [13] Dukhin A.S., Goetz P.J, *Bulk viscosity and compressibility measurement using acoustic spectroscopy*, *The journal of chemical physics* 130,124519,2009.
- [14] Renaud G., Callé S., and Defontaine M., *Remote dynamic acoustoelastic testing: Elastic and dissipative acoustic nonlinearities measured under hydrostatic tension and compression*, *Applied Physics Letters*, 94(1): 011905.1-3, 2009.
- [15] Defontaine M., Moreschi H., Renaud G., Callé S., *Mesure des propriétés viscoélastiques de volume par une méthode alternative de rhéologie acoustique*, 45ème colloque du Groupe Français de Rhéologie, 2010.
- [16] Callé S., Moreschi H., Renaud G., Defontaine M., *An alternative ultrasound-based rheology method to assess nonlinear bulk viscoelastic properties: application to food and cosmetics products*, 6th Annual European Rheology Conference (AERC), Goteborg, Suède, avril 2010.
- [17] Trarieux C., Callé S., Poulin A. Tranchant J.-F., Defontaine M., *Mesure des propriétés viscoélastiques de fluides par une méthode de rhéologie acoustique*, 46ème colloque du Groupe Français de Rhéologie, 2011.
- [18] Moreschi H., Novell A., Callé S., Defontaine M. and Bouakaz A.. *Characterization of viscoelastic properties of ultrasound contrast agents*. In Proceed. IEEE International Ultrasonics Symposium, Rome, Italie, septembre 2009.