

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

MÉMOIRE PRÉSENTÉ À  
L'UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À CHICOUTIMI  
COMME EXIGENCE PARTIELLE  
DE LA MAÎTRISE EN INGÉNIERIE

Par

Pascal Boily

**APPLICATION DES CAPTEURS THERMIQUES IMPLANTÉS POUR LA  
DéTECTION DU PROFIL DE GELÉE DANS LA CUVE D'ÉLECTROLYSE**

Mai 2001



### **Mise en garde/Advice**

Afin de rendre accessible au plus grand nombre le résultat des travaux de recherche menés par ses étudiants gradués et dans l'esprit des règles qui régissent le dépôt et la diffusion des mémoires et thèses produits dans cette Institution, **l'Université du Québec à Chicoutimi (UQAC)** est fière de rendre accessible une version complète et gratuite de cette œuvre.

Motivated by a desire to make the results of its graduate students' research accessible to all, and in accordance with the rules governing the acceptance and diffusion of dissertations and theses in this Institution, the **Université du Québec à Chicoutimi (UQAC)** is proud to make a complete version of this work available at no cost to the reader.

L'auteur conserve néanmoins la propriété du droit d'auteur qui protège ce mémoire ou cette thèse. Ni le mémoire ou la thèse ni des extraits substantiels de ceux-ci ne peuvent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.

The author retains ownership of the copyright of this dissertation or thesis. Neither the dissertation or thesis, nor substantial extracts from it, may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

## RÉSUMÉ

Les cuves d'électrolyse de l'aluminium sont construites de manière à ce qu'une couche protectrice de bain électrolytique se solidifie sur les parois : la « gelée ». L'épaisseur et la forme du profil de gelée sont des paramètres importants lors de l'opération de la cuve d'électrolyse, et des efforts sont faits pour contrôler cette couche. Dans le cadre de la recherche, un capteur pouvant s'installer à l'intérieur du mur latéral de la cuve d'électrolyse a été développé. Le potentiel et les limitations de ce capteur thermique, pour l'évaluation de l'épaisseur et de la forme de la couche de gelée, furent évalués. Le capteur est composé de thermocouples qui mesurent des températures dans la paroi. Un programme solutionnant le problème inverse en conduction thermique interprète ces températures.

Un bloc d'anthracite, utilisé dans la construction des parois des cuves, a été instrumenté avec le capteur. Une couche de sable représentait la gelée. Différentes épaisseurs et formes de sable ont été étendues sur le bloc. Ces expériences ont montré que le capteur détermine correctement l'épaisseur moyenne de la couche de sable. Lorsqu'il y a une variation de la forme, la capacité du capteur à identifier l'interface dépend de la sensibilité des mesures. Le nombre optimal de mesures, les paramètres d'identification et l'influence des conductivités thermiques des matériaux ont été analysés. Finalement, des matériaux pouvant être utilisés pour la protection des thermocouples, lors d'une éventuelle installation dans la paroi de la cuve d'électrolyse, sont présentés.

## REMERCIEMENTS

Dans un premier temps, je tiens à remercier mon directeur de recherche, M. Laszlo Kiss, pour son support et la qualité de ses enseignements. Il a toujours été disponible, et ses connaissances scientifiques furent une aide précieuse. Je ne pourrais passer sous silence la contribution M. Rung Tien Bui, codirecteur et titulaire de la Chaire en ingénierie des procédés (CHIP), qui a permis de faire avancer le projet. De plus, je voudrais remercier M. Paul Desclaux, scientifique au Centre de recherche et de développement Arvida (CRDA), avec lequel j'ai eu de nombreuses discussions.

Je tiens également à remercier M. Patrice Paquette, qui a construit le dispositif expérimental, dont j'ai apprécié l'expérience pratique lors de la mise en marche du montage. Le Groupe de recherche en ingénierie des procédés et systèmes (GRIPS) m'a fourni un environnement de travail stimulant. De plus, j'ai apprécié les gens rencontrés, professeurs et étudiants, qui ont contribué à rendre mon travail enrichissant. Les discussions et les activités, qui ont eu lieu au cours de ces années, m'ont permis de développer des amitiés qui, je l'espère, dureront.

Finalement, je remercie mon épouse, Amal, qui m'a supporté en tout temps. Ses conseils m'ont été indispensables.

## TABLE DES MATIÈRES

RÉSUMÉ.....	ii
REMERCIEMENTS.....	iii
TABLE DES MATIÈRES.....	iv
LISTE DES FIGURES.....	vii
LISTE DES TABLEAUX.....	x
LISTE DES SYMBOLES.....	xi
<b>INTRODUCTION .....</b>	<b>1</b>
1.1. Mise en situation .....	1
1.1.1. Électrolyse de l'aluminium.....	1
1.1.2. Gelée sur les parois.....	3
1.1.3. Méthode utilisée en usine pour la mesure du profil de gelée.....	5
1.2. Objectifs de la recherche.....	6
1.3. Méthode proposée.....	6
1.4. Caractéristiques du problème .....	9
1.5. Identification d'une interface isotherme .....	11
1.5.1. Identification 1D.....	11
1.5.2. Identification transitoire 1D .....	17
1.5.3. Identification 2D.....	21
1.6. Positionnement de la recherche .....	23
<b>IDENTIFICATION DE L'INTERFACE ISOTHERME .....</b>	<b>25</b>
2.1. Introduction.....	25
2.2. Solution du problème direct .....	26
2.2.1. Domaine de calcul.....	26
2.2.2. Équation à résoudre .....	27
2.2.3. Volumes finis.....	28
2.2.3.1. Description de la méthode.....	28
2.2.3.2. Conditions de frontière.....	30
2.2.3.3. Conductivité thermique entre les matériaux.....	32
2.2.3.4. Traitement des domaines complexes .....	34
2.3. Solution du problème inverse.....	36
2.3.1. Méthode de régularisation.....	36
2.3.2. Coefficients de sensibilité .....	40
2.3.3. Paramètre de régularisation.....	42
2.3.4. Programme d'identification.....	45

<b>DISPOSITIF EXPÉRIMENTAL .....</b>	<b>48</b>
3.1. Introduction.....	48
3.2. Description du dispositif.....	48
3.3. Instrumentation du bloc d'anthracite .....	51
3.3.1. Méthode d'implantation des thermocouples .....	51
3.3.2. Position des thermocouples dans l'anthracite .....	52
3.4. Mise en opération du dispositif expérimental.....	53
3.4.1. Températures et flux dans le bloc d'anthracite .....	53
3.4.2. Augmentation de la conductivité thermique du sable .....	56
3.4.3. Limitation de la combustion du bloc de graphite .....	57
3.5. Conductivités thermiques des matériaux.....	58
3.5.1. Graphite.....	59
3.5.2. Anthracite .....	59
3.5.3. Isolation.....	60
3.5.4. Sable.....	60
<b>RÉSULTATS D'IDENTIFICATION .....</b>	<b>63</b>
4.1. Introduction.....	63
4.2. Domaine de calcul .....	63
4.3. Conditions de frontière .....	66
4.4. Description des expériences .....	67
4.5. Résultats d'identification .....	68
4.5.1. Identification des couches de sable uniformes .....	68
4.5.1.1. Amplification des erreurs de mesure .....	69
4.5.2. Identification des couches de sable inclinées.....	71
4.5.3. Identification des couches de formes complexes .....	72
4.5.4. Paramètre de régularisation.....	75
4.5.5. Angle de vision.....	78
4.5.5.1. Diminution de l'angle de vision .....	79
4.5.5.2. Augmentation de l'angle de vision .....	80
4.5.6. Nombre de mesures .....	82
4.6. Conditions de frontière et conductivités thermiques.....	86
4.6.1. Température de l'interface isotherme.....	87
4.6.2. Conductivité thermique du sable.....	89
4.6.3. Conductivité thermique de l'anthracite .....	91
4.7. Conclusions.....	95

<b>PROTECTION DES THERMOCOUPLES.....</b>	<b>97</b>
5.1. Introduction.....	97
5.1.1. Hautes températures et corrosion .....	98
5.2. Métaux et types d'alliage.....	99
5.2.1. Nickel et alliages de nickel .....	99
5.2.2. Fer et acier .....	102
5.2.3. Alliages de cobalt.....	103
5.2.4. Titane et alliages de titane.....	104
5.2.5. Tantale, platine .....	104
5.3. Alliages commerciaux .....	105
5.3.1. Inconel®600 .....	105
5.3.2. Inconel®601 .....	105
5.3.3. Inconel®625 .....	106
5.3.4. Hastelloy®X .....	107
5.3.5. Hastelloy®C-276 .....	107
5.3.6. Alliage 59.....	108
5.3.7. Nicrobell®E.....	109
5.4. Autres composés.....	110
5.4.1. $TiB_2$ , $ZrB_2$ .....	110
5.4.2. $SiC$ .....	111
5.5. Conclusions.....	112
<b>CONCLUSIONS FINALES .....</b>	<b>114</b>
6.1. Suggestions pour les travaux futurs .....	115
<b>BIBLIOGRAPHIE .....</b>	<b>116</b>
<b>ANNEXE : PROGRAMME D'IDENTIFICATION.....</b>	<b>118</b>

## LISTE DES FIGURES

Figure 1.1	Cuve d'électrolyse de l'aluminium à anodes précuites.....	2
Figure 1.2	Transfert de chaleur dans la paroi.....	3
Figure 1.3	Sonde mécanique utilisée pour la mesure du profil de gelée .....	5
Figure 1.4	Position du capteur dans la paroi .....	6
Figure 1.5	Dispositif expérimental de Landram.....	11
Figure 1.6	Position des mesures pouvant être prises lors du soudage .....	13
Figure 1.7	Dispositif expérimental de Chun <i>et al.</i> .....	15
Figure 1.8	Position des mesures utilisées par Raynaud .....	18
Figure 1.9	Position des mesures utilisées par Zabaras et Ruan.....	20
Figure 1.10	Dispositif expérimental de Péneau <i>et al.</i> .....	21
Figure 2.1	Procédure d'identification de l'interface isotherme.....	25
Figure 2.2	Domaine de calcul.....	26
Figure 2.3	Volumes finis à l'intérieur du domaine de calcul discret.....	29
Figure 2.4	Volume fini à la frontière .....	31
Figure 2.5	Approximation de l'interface isotherme dans un maillage fixe .....	35
Figure 2.6	Variation de la fonction d'écart généralisé.....	44
Figure 2.7	Organigramme du programme d'identification .....	45
Figure 3.1	Dispositif expérimental .....	49
Figure 3.2	Agrandissement de la section centrale du montage .....	50
Figure 3.3	Blocs de graphite utilisés pour les expériences en laboratoire .....	51
Figure 3.4	Insertion des thermocouples dans le bloc d'anthracite .....	52
Figure 3.5	Position des thermocouples dans le bloc d'anthracite .....	52
Figure 4.1	Domaine de calcul pour l'identification de l'interface isotherme ....	64
Figure 4.2	Zones d'influence des points de contrôle de l'interface.....	65



Figure 4.3	Expériences effectuées en laboratoire.....	67
Figure 4.4	Résultats d'identification de la couche de sable uniforme.....	68
Figure 4.5	Résultats d'identification de la couche de sable uniforme lorsqu'une correction est appliquée sur les mesures.....	70
Figure 4.6	Résultats d'identification de la couche de sable inclinée 1.....	71
Figure 4.7	Résultats d'identification de la couche de sable inclinée 2.....	72
Figure 4.8	Résultats d'identification de la couche de sable en forme de coin ...	73
Figure 4.9	Résultats d'identification de la couche de sable non-uniforme.....	73
Figure 4.10	Résultats d'identification de la couche de sable parabolique.....	74
Figure 4.11	Résultats d'identification de la couche de sable inclinée 1A ( $\alpha = 0,0$ ).....	75
Figure 4.12	Résultats d'identification de la couche de sable en forme de coin ( $\alpha = 0,0$ ).....	76
Figure 4.13	Résultats d'identification de la couche de sable inclinée 1A lorsqu'une correction est appliquée sur les mesures ( $\alpha = 0,0$ ).....	77
Figure 4.14	Angle de vision.....	78
Figure 4.15	Résultats d'identification de la couche de sable en forme de coin obtenus avec les mesures TC7 - TC2 - TC8 (angle $\sim 0^\circ$ ) .....	79
Figure 4.16	Résultats d'identification de la couche de sable non-uniforme obtenus avec les mesures TC7 - TC2 - TC8 (angle $\sim 0^\circ$ ) .....	80
Figure 4.17	Résultats d'identification de la couche de sable inclinée 1A obtenus avec les mesures (TC1+TC2)/2 - TC2 - (TC2+TC3)/2 (angle $\sim 60^\circ$ ) .....	81
Figure 4.18	Résultats d'identification de la couche de sable en forme de coin obtenus avec les mesures (TC1+TC2)/2 - TC2 - (TC2+TC3)/2 (angle $\sim 60^\circ$ ) .....	81
Figure 4.19	Résultats d'identification de la couche de sable inclinée 1B obtenus avec 7 mesures ( $\alpha = 0,001$ ).....	83
Figure 4.20	Résultats d'identification de la couche de sable non-uniforme obtenus avec 7 mesures ( $\alpha = 0,001$ ) .....	84
Figure 4.21	Résultats d'identification de la couche de sable non-uniforme obtenus avec 7 mesures ( $\alpha = 0,0$ ).....	84

Figure 4.22	Résultats d'identification de la couche de sable uniforme B obtenus avec différentes températures d'interface.....	88
Figure 4.23	Variation relative de la position de l'interface identifiée en fonction de la variation de la température d'interface .....	89
Figure 4.24	Résultats d'identification de la couche de sable inclinée 1B obtenus avec différentes conductivités thermiques du sable.....	90
Figure 4.25	Variation relative de la position de l'interface identifiée en fonction de la variation de la conductivité thermique du sable .....	91
Figure 4.26	Résultats d'identification de la couche de sable en forme de coin obtenus avec différentes conductivités thermiques de l'anthracite ..	92
Figure 4.27	Variation relative de la position de l'interface identifiée en fonction de la variation de la conductivité thermique de l'anthracite .....	93

## LISTE DES TABLEAUX

Tableau 3.1	Températures et flux dans le graphite et dans l'anthracite.....	54
Tableau 3.2	Différences de température au niveau 2 du bloc d'anthracite .....	55
Tableau 3.3	Températures et flux dans le graphite et dans l'anthracite (nouveau sable) .....	57
Tableau 3.4	Températures dans le graphite et dans l'anthracite (couches uniformes) .....	61
Tableau 3.5	Paramètres utilisés pour déterminer la conductivité thermique du sable .....	62
Tableau 3.6	Conductivité thermique du sable .....	62
Tableau 4.1	Différences de température.....	70
Tableau 5.1	Propriétés physiques de différents alliages commerciaux.....	108
Tableau 5.2	Composition de différents alliages commerciaux.....	109

## LISTE DES SYMBOLES

### Symboles latins

$a$	coefficient de la méthode des volumes finis	W/mK
$c$	constante utilisée pour l'ajustement du paramètre de régularisation	
$A, B, C$	constantes	
$\vec{D}$	critère de convergence	m
$f$	rapport de distances pour le calcul de la conductivité thermique	
$h$	coefficient de transfert de chaleur	W/m <sup>2</sup> K
$\vec{H}$	matrice de régularisation	
$J$	fonctionnelle à minimiser	
$k$	conductivité thermique, nombre d'itérations	W/mK
$k_{equi}$	conductivité thermique équivalente	W/mK
$l$	nombre de pas de temps	
$m$	nombre de pas de temps sur l'horizon d'observation	
$n$	nombre de mesures	
$p$	nombre d'identifications effectué	
$q$	taux de transfert thermique	W
$q''$	flux thermique	W/m <sup>2</sup>
$q''_r$	flux thermique imposé à la frontière	W/m <sup>2</sup>
$r$	rayon	m
$r_0$	rayon interne	m
$R$	rayon maximum	m
$s$	position de l'interface isotherme	m
$\vec{s}$	vecteur de la position de l'interface isotherme	m
$\dot{s}$	vitesse de l'interface isotherme	m/s
$t$	temps	s

$t_f$	temps final	s
$\Delta t$	intervalle de temps	s
$T$	température	°C
$\vec{T}$	vecteur des températures	°C
$T_b$	température du liquide	°C
$T_m$	température de changement de phase	°C
$T_\Gamma$	température imposée à la frontière	°C
$\Delta T_{\text{sable}}$	différence de température dans le sable	°C
$W$	facteur poids	
$x$	coordonnée spatiale	m
$\delta x$	distance entre deux points d'évaluation de la température	m
$\Delta x$	largeur d'un volume fini	m
$\vec{X}$	matrice des coefficients de sensibilité	°C/m
$y$	coordonnée spatiale	m
$\delta y$	distance entre deux points d'évaluation de la température	m
$\Delta y$	hauteur d'un volume fini	m
$\Delta y_{\text{sable}}$	épaisseur de la couche de sable	mm
$Y$	température mesurée	°C
$\vec{Y}$	vecteur des températures mesurées	°C

**Symboles grecs**

$\alpha$	paramètre de régularisation	
$\delta$	niveau de bruit	°C
$\varepsilon$	perturbation de l'interface	m
$\lambda$	erreur de mesure	°C
$\rho$	fonction d'écart généralisé	°C <sup>2</sup>
$\sigma$	variance des erreurs de mesure	°C
$\Phi$	fonction de régularisation	
$\Gamma$	frontière	
$\Omega$	domaine de calcul	

**Indices, Exposants**

$\nu$	ordre de régularisation
*	valeur à l'itération précédente
**	valeur calculée avec la position de l'interface perturbée

# 1.

## Introduction

### 1.1. Mise en situation

#### 1.1.1. Électrolyse de l'aluminium

La production industrielle d'aluminium est en constante augmentation depuis le début du vingtième siècle. Cette croissance est attribuable à l'abaissement des coûts de production, et à une forte demande pour ce métal. En effet, l'aluminium est présent dans de nombreux biens de consommation courants, par exemple, les canettes de différentes boissons et les véhicules automobiles.

L'aluminium, qui est l'élément métallique le plus abondant de la croûte terrestre, est exclusivement produit selon le procédé Hall-Héroult. Ce dernier a été découvert et breveté en 1886, par Charles Hall aux États-Unis et Paul Héroult en France. Suivant ce procédé, l'alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), qui est l'oxyde d'aluminium extrait de la bauxite, est dissoute dans de la cryolithe liquide ( $\text{Na}_3\text{AlF}_6$ ) et décomposée par électrolyse. La cryolithe a plusieurs fonctions importantes, dont celle de séparer l'aluminium liquide produit à la cathode des émanations d'oxydes de carbone produites à l'anode.

Originellement effectuée à petite échelle, la production d'aluminium se fait maintenant dans d'imposantes cuves d'électrolyse. Au fil des années, le volume des cuves a augmenté constamment, ce qui a contribué à l'abaissement du prix du métal. Les composantes principales de la cuve sont les anodes, la cathode, le bain électrolytique et l'aluminium liquide, qui se dépose sur la cathode (figure 1.1). L'aluminium liquide joue également le rôle de cathode.

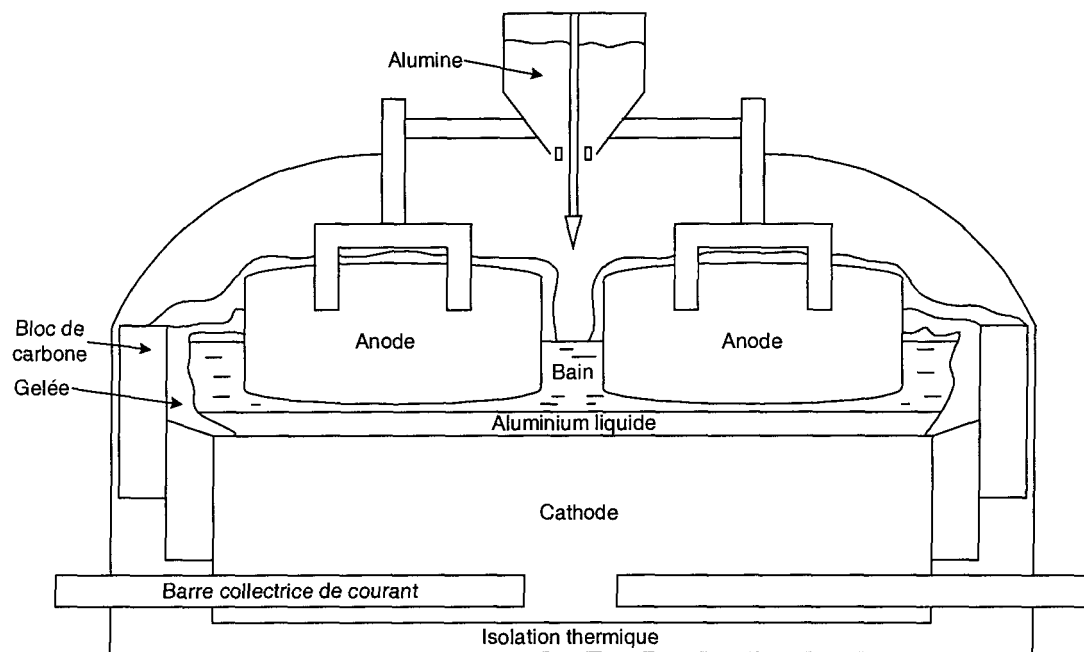


Figure 1.1 : Cuve d'électrolyse de l'aluminium à anodes précuites.



### 1.1.2. Gelée sur les parois

La différence de potentiel dans la cuve se situe entre 4,0V et 4,5V, alors que la tension de décomposition de l'alumine n'est que de 1,7V. La différence entre ces tensions permet de créer de l'énergie par effet Joule, et de maintenir une température élevée à l'intérieur de la cuve, soit environ 960°C. Le bain, l'anode et la cathode ont une résistance électrique, et il y a des résistances de contact entre les matériaux.

Une part importante de l'énergie s'échappe de la cuve par les anodes et par les côtés. Les blocs de carbone des parois permettent un refroidissement local important. Ainsi, une partie du bain se solidifie sur les parois et forme la « gelée ». La position et la forme de la couche de gelée sont le résultat d'un équilibre thermique entre l'intérieur et l'extérieur de la paroi. La cuve d'électrolyse est conçue pour qu'une partie du bain se solidifie sur les parois. La gelée est nécessaire au bon fonctionnement de la cuve.

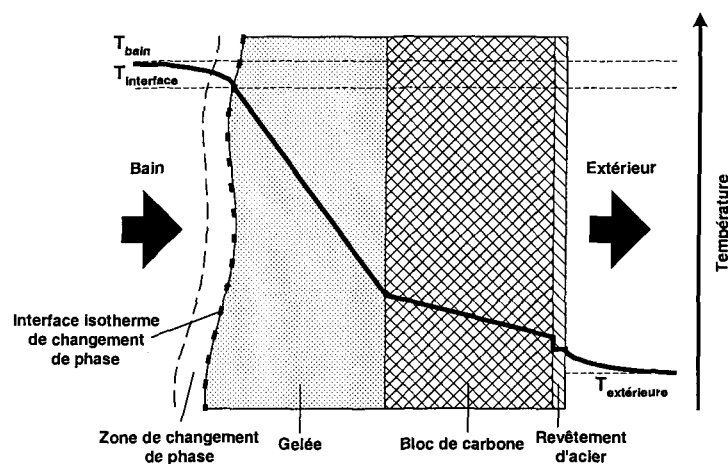


Figure 1.2 : Transfert de chaleur dans la paroi.

La gelée a trois fonctions principales :

- ❑ Premièrement, le bain électrolytique, formé principalement de la cryolithe, attaque les parois de carbone de la cuve. La disparition de la gelée, même pendant une courte période, peut endommager et compromettre l'opération d'une cuve. La gelée a comme fonction de protéger les parois contre l'attaque directe du bain.
- ❑ Deuxièmement, la présence de la gelée permet de stabiliser le champ de température à l'intérieur de la cuve. Lorsque la température interne varie, la gelée réagit immédiatement et contrecarre ces variations. Par exemple, s'il y a une augmentation de température, l'épaisseur de la gelée diminuera. Cela aura comme effet d'augmenter le flux de chaleur à travers la paroi, et de permettre une stabilisation de la température interne.
- ❑ Troisièmement, les lignes de courant entre les anodes et la cathode doivent être verticales et uniformes afin d'éviter que certains endroits ne surchauffent et pour diminuer les perturbations dans l'aluminium liquide. La gelée sur les parois est un isolant électrique. Idéalement, lorsque le talus de la gelée s'arrête à la limite de l'anode, les composantes horizontales du courant sont réduites.

### 1.1.3. Méthode utilisée en usine pour la mesure du profil de gelée

La méthode standard pour mesurer le profil de gelée consiste à insérer une sonde mécanique à l'intérieur du bain. Cette sonde détermine l'épaisseur de la gelée, verticalement et en différents points.

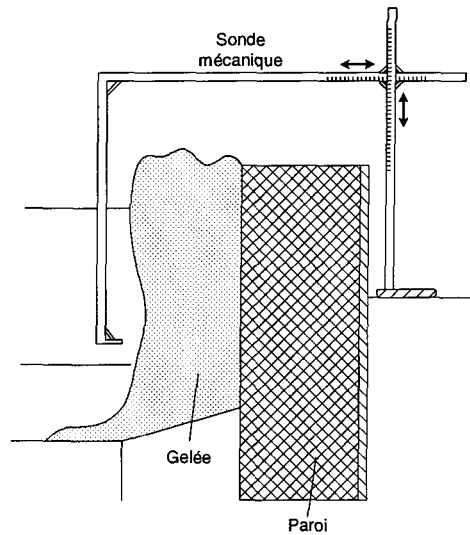


Figure 1.3 : Sonde mécanique utilisée pour la mesure du profil de gelée.

Ces mesures ont l'avantage de déterminer précisément l'épaisseur de la gelée. Par contre, parce que la méthode nécessite une bonne préparation et du personnel qualifié, l'épaisseur et la forme du profil de gelée ne sont pas évaluées fréquemment. Ainsi, la disparition de la gelée dans la cuve d'électrolyse est souvent découverte trop tard, par exemple, lorsqu'un point chaud devient visible sur les parois externes. À ce moment, la paroi de la cuve peut être endommagée et la vie de la cuve compromise.

## 1.2. Objectifs de la recherche

Le potentiel et les limitations d'un capteur thermique, devant être installé dans la paroi de la cuve d'électrolyse pour la supervision de l'évolution de la gelée, sont évalués. Le capteur, qui est un arrangement de thermocouples, doit être implanté de manière permanente dans la paroi latérale pour déterminer l'épaisseur et, potentiellement, la forme du profil de gelée (figure 1.4). Dans le cadre de cette recherche, la procédure d'identification, qui analyse les signaux fournis par le capteur, est développée et validée par des expériences en laboratoire.

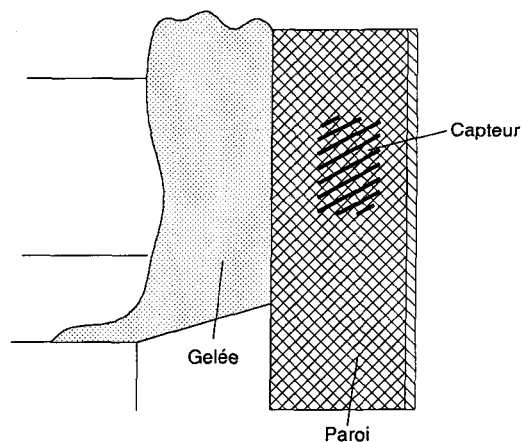


Figure 1.4 : Position du capteur dans la paroi.

## 1.3. Méthode proposée

Le problème inverse en conduction thermique doit être résolu pour identifier la position et la forme de l'interface isotherme de changement de phase, à partir de mesures de température dans la paroi.

Les problèmes inverses sont de plus en plus étudiés. De manière générale, tous les problèmes d'observation d'un phénomène sont inverses. Ainsi, ces problèmes peuvent être rencontrés dans la plupart des systèmes physiques. Ils se retrouvent aussi bien en médecine qu'en météorologie. Par exemple, en électromagnétisme, la solution inverse a permis de développer les appareils de tomographie. En ce qui concerne la conduction de la chaleur par radiation, la solution inverse est utilisée pour déterminer la température de l'atmosphère en fonction de l'altitude.

Les modèles mathématiques sont habituellement formulés à l'aide d'équations différentielles ou d'équations intégrales. Le modèle est parfaitement défini lorsque les conditions de frontière, les coefficients de l'équation gouvernante, les conditions initiales et la géométrie du domaine de calcul sont connus. À partir de l'ensemble de ces paramètres, l'équation différentielle peut être solutionnée. Il s'agit du *problème direct*. Les problèmes directs sont étudiés depuis plus de deux cents ans.

Lorsqu'une condition de frontière, un coefficient, une condition initiale ou une partie de la géométrie est inconnu, il n'est pas possible de résoudre l'équation différentielle. Cependant, si des mesures supplémentaires sont prises dans le domaine de calcul, le paramètre inconnu peut être déterminé. Il s'agit du *problème inverse*. Les problèmes inverses en conduction thermique peuvent être subdivisés en 4 principales catégories [Kurpysz 1995] :

1. les problèmes inverses de frontières,
2. les problèmes d'estimation de coefficients,
3. les problèmes inverses de conditions initiales,
4. les problèmes inverses géométriques.

Pour l'ensemble de ces problèmes, les solutions sont obtenues à partir de mesures supplémentaires de la température dans le domaine de calcul. Les problèmes inverses de frontières et d'estimation de coefficients sont les plus étudiés. Les problèmes de frontières concernent la détermination en régime transitoire d'un flux de chaleur appliqué à l'une des frontières. L'estimation de coefficients est utilisée pour mesurer les propriétés thermophysiques de l'équation de la chaleur, telles que la diffusivité et la conductivité thermiques. Ces propriétés sont évaluées en fonction de la température. Les problèmes inverses de conditions initiales sont peu étudiés. Ces problèmes portent sur la détermination des conditions initiales à partir des mesures transitoires de la température. Enfin, les problèmes inverses géométriques sont solutionnés lorsqu'une partie de la géométrie du domaine de calcul doit être déterminée.

L'identification de l'interface de changement de phase de la gelée est un problème inverse géométrique en conduction thermique. La position de la frontière représentant l'interface de changement de phase est identifiée.

## 1.4. Caractéristiques du problème

Les problèmes inverses en conduction thermique sont des problèmes fondamentalement mal posés. Pour qu'une solution à un problème soit bien posée, elle doit satisfaire les conditions suivantes [*Hadamard 1952*] :

1. la solution doit exister,
2. la solution doit être unique,
3. la solution doit dépendre continûment des valeurs initiales / des frontières; la solution doit être stable.

Une des difficultés des problèmes mal posés est de définir la notion de « solution », étant donné que la dite solution ne satisfait pas les conditions générales d'existence, d'unicité et de stabilité. La nature mal posée des problèmes inverses en conduction résulte de l'amortissement et des délais qui caractérisent les échanges thermiques.

Il existe plusieurs méthodes de solution des problèmes inverses. Le choix d'une méthode dépend du type de problème à résoudre. Certaines méthodes simples ne peuvent être utilisées que si le problème est linéaire. Dans le cas contraire, il existe des méthodes permettant de résoudre la plupart des problèmes inverses en conduction thermique. Les méthodes de résolution des problèmes inverses permettent de stabiliser les résultats, et non d'assurer l'existence et l'unicité des solutions, qui devraient être vérifiées avant d'utiliser l'une de ces techniques. Cependant, vu la complexité de l'étude, il arrive fréquemment que

les problèmes inverses soient solutionnés sans que ces critères aient été préalablement étudiés. L'étude de l'existence et de l'unicité dépasse le cadre de ces travaux, et ne sera pas abordée dans ce mémoire. Une méthode peut être évaluée à partir d'un cadre général [Beck 1985] :

- 1- les paramètres évalués doivent être justes si les mesures sont précises,
- 2- la méthode doit être insensible aux erreurs de mesure,
- 3- la méthode doit être stable pour de petits pas de temps,
- 4- plusieurs mesures doivent être permises,
- 5- la méthode ne doit pas nécessiter une dérivée continue du paramètre évalué; des changements abrupts doivent être permis,
- 6- des matériaux composites doivent être permis,
- 7- des propriétés dépendantes de la température doivent être permises.

L'analyse des études publiées a permis de cibler une méthode générale qui utilise la régularisation pour stabiliser les solutions. Cette méthode, qui est expliquée en détail dans le prochain chapitre, minimise la différence entre des températures mesurées et des températures calculées.



## 1.5. Identification d'une interface isotherme

La détermination de l'emplacement d'une interface isotherme, à partir de mesures internes de la température, est un problème récent étudié depuis le début des années 80. La plupart des travaux publiés ne sont pas orientés vers des applications. Différentes méthodes d'identification ont été utilisées, et certains paramètres ont été analysés. La détermination de l'interface de changement de phase lors du soudage est une application pour laquelle les solutions des problèmes inverses géométriques furent mises à profit.

### 1.5.1. Identification 1D

C'est pour une application à la soudure qu'une première étude a été publiée [Landram 1983]. Des expériences en laboratoire, dans lesquelles un courant entre une cathode et une anode a fait fondre un morceau de plomb dans une cavité de nickel en demi-sphère, ont été menées. Des thermocouples mesuraient la température de l'anode à différents endroits, pour identifier la position de l'interface de changement de phase.

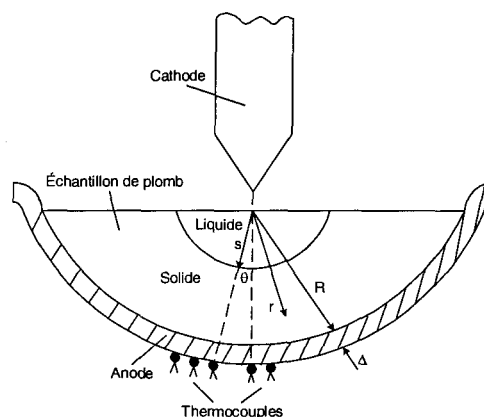


Figure 1.5 : Dispositif expérimental de Landram.

Pour résoudre le problème d'identification, les conditions de frontière du domaine de calcul doivent être connues. Pour l'ensemble des travaux d'identification, la température de l'interface isotherme de changement de phase est l'une de ces conditions. Les autres conditions de frontière doivent être définies de manière à refléter les conditions réelles présentes dans le système étudié. Ainsi, à l'autre frontière, Landram suppose que la surface convexe de la coquille de nickel est adiabatique. Deux conditions de frontière sont connues à  $r = R$  : la température mesurée par les thermocouples et le flux de chaleur, qui est calculé à partir du taux d'augmentation de la température.

La connaissance de deux conditions à l'une des frontières est une caractéristique des problèmes inverses. En effet, l'information supplémentaire permet de résoudre les équations et de calculer le paramètre inconnu : la position de l'interface isotherme de changement de phase. Une méthode analytique [*Burggraf 1964*], qui peut être utilisée lorsque les propriétés sont constantes, a permis de calculer le champ de température à l'intérieur de la demi-sphère. Le champ de température fut obtenu à l'aide des températures mesurées et des dérivées temporelles de ces températures à  $r = R$ . Les dérivées d'ordre élevé sont instables lorsqu'il y a du bruit dans les mesures, ce qui limite l'utilisation de cette méthode. Une approximation des mesures par une courbe lisse, et l'utilisation des premiers termes de la série ont permis de réduire les instabilités et de solutionner le problème.

Une seconde étude a été publiée concernant un problème d'identification similaire [Katz 1984]. Le problème fut solutionné à l'aide des éléments finis et d'un algorithme d'optimisation séquentiel. La méthode a été vérifiée par des expériences numériques, c'est-à-dire que les « mesures » provenaient de calculs indépendants, et non d'expériences en laboratoire. La position de l'interface de changement de phase a été déterminée par deux mesures de température. Pour une application à la soudure, ces mesures pourraient être prises le long de l'axe central, l'une au centre de l'anode sphérique et l'autre dans l'échantillon, à mi-chemin entre la cathode et l'anode (figure 1.6). La température de changement de phase et la mesure  $Y_2$  déterminaient les deux conditions de frontière. La température mesurée à l'intérieur  $Y_1$  était la condition supplémentaire utilisée pour identifier la position de l'interface de changement de phase.

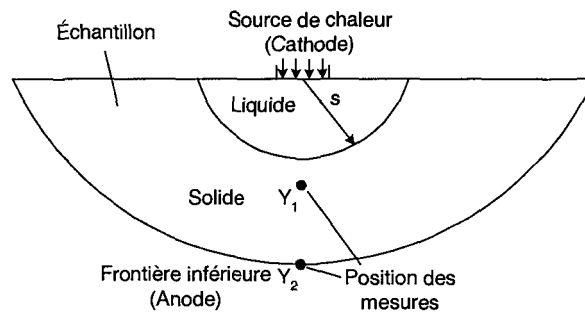


Figure 1.6 : Position des mesures pouvant être prises lors du soudage.

Pour débiter l'identification, la position de l'interface était estimée. À chaque pas de temps, la température dans le domaine était calculée en solutionnant le problème direct (avec les éléments finis). Ensuite, la température calculée  $T_I$  à la position de la mesure dans

l'échantillon fut comparée à la valeur mesurée  $Y_l$ . Ainsi, au temps  $l\Delta t$ , la différence suivante était évaluée :

$$J = |Y_l - T_l| \quad . \quad (1.1)$$

Si l'écart  $J$  dépassait l'erreur tolérée sur les mesures, la position de l'interface était modifiée en fonction de la différence de température. L'interface a été identifiée au temps  $l\Delta t$  à partir de la mesure  $Y_l^l$ . Par la suite, l'identification de l'interface au temps  $(l+1)\Delta t$  suivait la même procédure avec la température mesurée  $Y_l^{l+1}$ . La solution obtenue au pas de temps  $l$  fut utilisée comme condition initiale pour le pas de temps  $(l+1)$ . La méthode d'identification a été validée à partir d'une solution analytique.

L'interface de changement de phase d'une couche de paraffine, solidifiée à la surface extérieure d'un tube, a été identifiée expérimentalement [Chun 1987]. Pour ces expériences, des thermocouples situés sur la surface du tube étaient utilisés pour identifier l'épaisseur de la paraffine (figure 1.7). Comme il s'agissait d'une identification unidimensionnelle, les mesures étaient indépendantes les unes des autres. Deux méthodes furent utilisées : l'approche quasi-stationnaire et l'approche par minimisation.



Ainsi, deux conditions de frontière étaient connues à la surface du tube : la condition de convection et la température mesurée par le thermocouple. La température de changement de phase  $T_m$  limitait le domaine à l'autre extrémité. Après l'égalisation des équations 1.2 et 1.3 et une intégration simple, l'expression de la position de l'interface, en fonction de la température mesurée, est la suivante :

$$s = r_0 \exp \left\{ \frac{k(T_m - Y)}{hr_0(Y - T_b)} \right\} . \quad (1.4)$$

L'approche par minimisation est semblable à la procédure d'identification employée par Katz et Rubinsky. Ces derniers utilisaient la température mesurée à l'extrémité du domaine comme condition de frontière, alors que la température interne servait à la détermination de la position de la frontière. Pour les travaux de Chun *et al.*, la température de changement de phase de la paraffine et la convection forcée à la surface du tube étaient les conditions de frontière utilisées pour résoudre le problème direct, par la méthode des éléments finis. La température mesurée à la surface du tube était la condition de frontière supplémentaire servant à l'identification de la position de la frontière. La fonctionnelle  $J$  représentait le carré de la différence entre la mesure à la surface du tube  $Y$  et les températures calculées au même endroit par la méthode directe  $T$  :

$$J = |Y - T|^2 . \quad (1.5)$$

Un algorithme déterminait à chaque pas de temps la position  $s$  minimisant  $J$ . Les résultats obtenus au temps précédent servaient de conditions initiales. L'influence du taux de refroidissement ainsi que l'effet de la surchauffe de la paraffine ont été étudiés.

### 1.5.2. Identification transitoire 1D

Les méthodes présentées dans la section précédente identifiaient l'interface de changement de phase au pas de temps  $l$  à partir des mesures prises au même pas de temps. Cette hypothèse est adéquate lorsque les pas de temps sont longs et lorsque les changements demeurent lents dans le système étudié, ce qui n'est évidemment pas toujours le cas. Ainsi, d'autres méthodes furent développées pour tenir compte des retards qui sont inhérents au transfert d'énergie dans un solide. Une variation de la position de l'interface isotherme n'aura pas un effet instantané sur les mesures de température prises à l'intérieur de la phase solide. Les travaux qui ont suivi utilisaient des méthodes plus élaborées, qui tenaient compte de ce phénomène.

Les travaux de Raynaud [Raynaud 1989] comparent deux méthodes déjà utilisées pour la solution des problèmes inverses, lesquelles ont été adaptées à l'identification d'une interface isotherme : une technique en différences finies et la technique de spécification de fonction, développée par Beck [Beck 1985]. Raynaud a comparé les résultats d'identification obtenus avec ces deux méthodes. La solution analytique de la fonte d'un solide semi-infini composé de glace fut employée pour les évaluer. Des expériences numériques ont fourni des mesures à deux endroits dans la phase solide du matériau. La phase solide était subdivisée en deux régions : la région directe située entre les mesures  $Y_1$  et  $Y_2$ , et la région inverse située entre l'interface de changement de phase et la première mesure  $Y_1$  (figure 1.8). Avec un petit pas de temps, la technique en différences finies a identifié l'interface aussi précisément que la méthode de spécification de Beck. De plus, le

temps de calcul de la méthode en différences finies était moindre. Le temps de calcul de la méthode de spécification de fonction se trouve augmenté par la solution du problème direct.

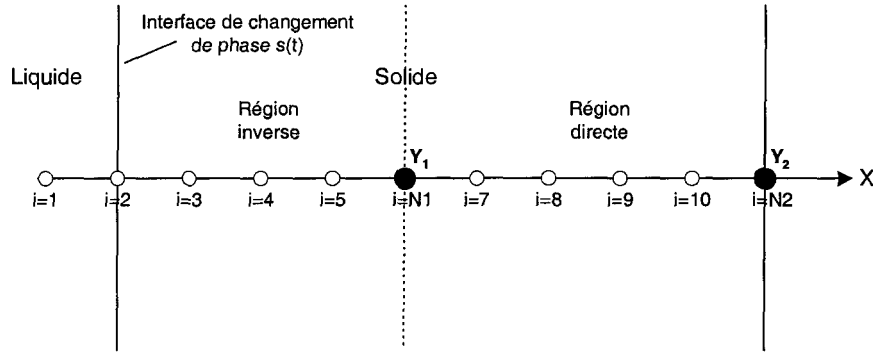


Figure 1.8 : Position des mesures utilisées par Raynaud.

Pour la technique en différences finies, le champ de température dans la région directe a été calculé à partir des mesures de température  $T_{N1} = Y_1$  et  $T_{N2} = Y_2$ . Dans l'exemple de la figure 1.8,  $N1 = 6$  et  $N2 = 11$ . Les températures sont mesurées au temps  $(l + N1 - 1)\Delta t$ . La seconde étape consiste à reculer dans le temps, tout en avançant en espace dans la région inverse pour déterminer  $T_{i-1}^{l+i-2}$ , où  $i = N1, N1-1, \dots, 3, 2$ . La position de l'interface de changement de phase se situait entre le nœud ayant une température plus élevée que la température de changement de phase et le nœud adjacent ayant une température plus basse. Un bilan d'énergie entre ces nœuds a permis de déterminer la position exacte de l'interface  $s$ . Les températures mesurées au temps  $(l + N1 - 1)\Delta t$ , ainsi qu'une partie des mesures précédentes, servaient à identifier la position de l'interface au temps  $l\Delta t$ .



La méthode de spécification de Beck a été largement utilisée pour la solution des problèmes inverses de frontière. Avec cette méthode, l'identification de l'interface se fait par la minimisation d'une fonctionnelle définie sur un horizon de temps  $m\Delta t$ . Ainsi, la position de l'interface au temps  $l\Delta t$  est calculée à partir de  $m$  mesures :

$$J = \sum_{j=1}^m \left( Y_I^{l+j-1} - T_I^{l+j-1} \right)^2, \quad (1.6)$$

où  $Y_I^l$  est la température mesurée à  $NI$  au temps  $l\Delta t$ , et où  $T_I^l$  est la température calculée par une méthode directe à ce même endroit, en spécifiant la position de l'interface de changement de phase sur l'horizon  $m\Delta t$ . La plus simple des hypothèses considère que la position de l'interface demeure constante pendant cette période. Les conditions de frontière du problème direct demeurent la température de changement de phase et la température mesurée  $Y_2$ . La différence avec les fonctionnelles précédentes (équations 1.1 et 1.5) est que la minimisation se fait sur un intervalle de temps. Ainsi, plusieurs mesures sont utilisées pour le calcul de la nouvelle position de l'interface. Bien que plus complexe à programmer, cette méthode réduit considérablement les risques d'instabilité.

Zabaras et Ruan ont étudié à peu près le même problème transitoire 1D [Zabaras 1989]. Ils ont utilisé la méthode de spécification de fonction à laquelle un terme supplémentaire régularisant a été ajouté. De plus, l'algorithme fut adapté pour que plusieurs mesures puissent être utilisées à l'intérieur du solide semi-infini.

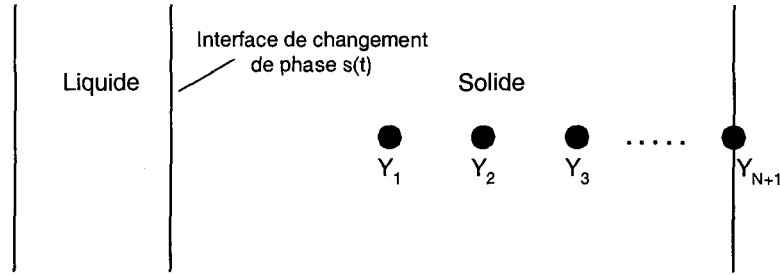


Figure 1.9 : Position des mesures utilisées par Zabaras et Ruan.

Comme précédemment, les conditions de frontière du problème direct étaient la température de changement de phase et la température mesurée  $Y_{n+1}$ . Une méthode utilisant des éléments finis déformés solutionnait le problème direct. La vitesse de propagation de l'interface  $\dot{s}^l$  a été déterminée et la position de l'interface fut déduite par la suite. Les mesures internes ( $Y_1, Y_2 \dots Y_n$ ) ont été utilisées pour minimiser la fonctionnelle :

$$J = \sum_{j=1}^m \sum_{i=1}^n \left( Y_i^{l+j-1} - T_i^{l+j-1} \right)^2 + \alpha (\dot{s}^l)^2, \quad (1.7)$$

sur un horizon de  $m$  pas de temps. La variable  $\alpha$  est le paramètre de régularisation. Zabaras et Ruan ont montré que la combinaison de petits pas de temps et d'un paramètre de régularisation modéré garantissaient des résultats d'identification précis, même lorsque la position de l'interface était éloignée des mesures. Les paramètres qui influencent la stabilité des résultats furent étudiés : le nombre de pas de temps de l'horizon, le pas de temps, la position des mesures et le paramètre de régularisation. L'algorithme fonctionnait adéquatement sans régularisation, mais cette dernière a eu un effet bénéfique sur les résultats.

### 1.5.3. Identification 2D

Une interface isotherme a été identifiée dans un domaine 2D [Péneau 1994]. Ces travaux furent validés par des expériences numériques et par des expériences en laboratoire, dans lesquelles l'interface de changement de phase était identifiée en régime stationnaire. La différence des températures calculées par la méthode des éléments finis et des températures mesurées a été minimisée :

$$J = \sum_{i=1}^n (Y_i - T_i)^2 + \alpha \sum_{i=1}^{n-1} (s_{i+1} - s_i)^2 \quad . \quad (1.8)$$

Le dernier terme régularisait la fonctionnelle. Les expériences numériques furent menées, et l'influence de la position initiale et l'effet du paramètre  $\alpha$  sur la précision des résultats déterminés. La figure 1.10 montre le dispositif expérimental construit pour valider la méthode.

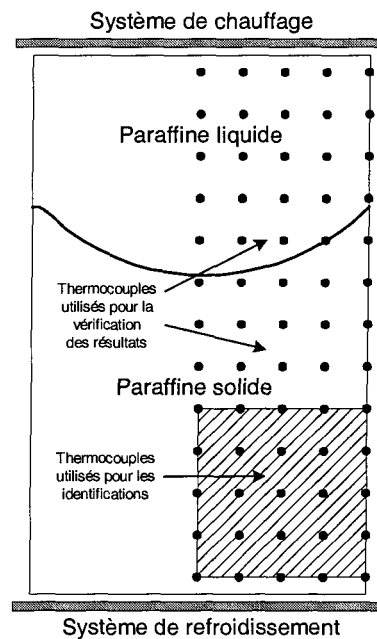


Figure 1.10 : Dispositif expérimental de Péneau *et al.*.

Plus de 60 thermocouples ont été positionnés sur une moitié du domaine d'identification. Les thermocouples à la frontière de la zone hachurée ont été utilisés pour déterminer le champ de température dans cette zone. C'est à partir de ce champ de température que le flux de chaleur à la frontière fut calculé. Des mesures à l'intérieur de ce domaine ont été prises pour la minimisation de la fonctionnelle  $J$ . Les thermocouples à la frontière latérale déterminaient la condition de premier type, qui y était définie, et la température de changement de phase de la gelée était la condition de la frontière supérieure (solution du problème direct). La méthode a identifié adéquatement la position des interfaces isothermes analysées.

Finalement, le problème de l'identification d'une interface isotherme en régime transitoire 2D a été résolu [Huang 1998]. Des expériences numériques ont permis de valider la méthode. La fonctionnelle :

$$J = \int_{t=0}^{t_f} \sum_{i=1}^n (Y_i - T_i)^2 dt \quad , \quad (1.9)$$

a été minimisée par la technique du gradient conjugué; le problème direct a été solutionné par la méthode des éléments finis de frontière. Le domaine d'identification avait des frontières latérales isolées. L'isotherme de la frontière supérieure était l'interface à identifier. Des flux et des températures étaient mesurés en plusieurs points sur la frontière inférieure. Dans le présent cas, le flux fut employé pour résoudre le problème direct, alors que la température a servi pour minimiser  $J$ . Des erreurs aléatoires s'ajoutaient aux mesures provenant des expériences numériques, pour simuler des mesures réelles. Différents

niveaux d'erreurs ont été imposés. L'influence du nombre de mesures prises à la frontière inférieure fut vérifiée.

## **1.6. Positionnement de la recherche**

La recherche présentée dans ce mémoire est originale sur plusieurs aspects. Premièrement, le milieu d'implantation du capteur est différent des domaines d'identification étudiés jusqu'à maintenant, qui étaient homogènes. Le milieu d'implantation est composé de deux matériaux, la gelée et la paroi, dont les conductivités thermiques dépendent de la température. Le capteur est implanté dans la paroi, qui a une conductivité thermique beaucoup plus élevée que celle de la gelée. Dans la plupart des études, le matériau solide avait une conductivité thermique indépendante de la température.

Deuxièmement, la méthode d'identification 2D en régime stationnaire est validée par des expériences en laboratoire. La plupart des travaux publiés se sont limités à des expériences numériques. Lorsqu'un montage expérimental fut construit, les mesures ont été prises à basses températures dans des modèles à paraffine. Dans le cadre de cette recherche, parce que le capteur doit être implanté dans la paroi de la cuve d'électrolyse, un dispositif expérimental permettant d'atteindre des températures de 950°C et des flux thermiques de 5 000 W/m<sup>2</sup> comparables à ceux mesurés dans la paroi réelle a été construit.

Troisièmement, un effort a été fait pour adapter le capteur, tout en maintenant ses capacités d'identification, à l'application industrielle à laquelle il est destiné. Le capteur

devait être relativement simple, et il devait résister à l'environnement de la paroi. Les recherches décrites précédemment démontraient la capacité des méthodes inverses à résoudre le problème d'identification d'une interface isotherme, mais peu d'entre elles visaient une application pratique.

## 2.

# Identification de l'interface isotherme

## 2.1. Introduction

La procédure d'identification de l'interface isotherme est décrite dans ce chapitre, qui débute par la définition du domaine de calcul. L'une des frontières représente l'interface isotherme qui doit être identifiée. Ensuite, les équations et la méthode numérique du problème direct sont développées. Dans cette section, l'équation différentielle et les conditions de frontière sont présentées, ainsi que les principaux aspects de la méthode des volumes finis. La dernière section du chapitre décrit la méthode de régularisation et présente le programme d'identification. La méthode de régularisation est une procédure globale qui minimise la différence entre des températures mesurées et des températures calculées.

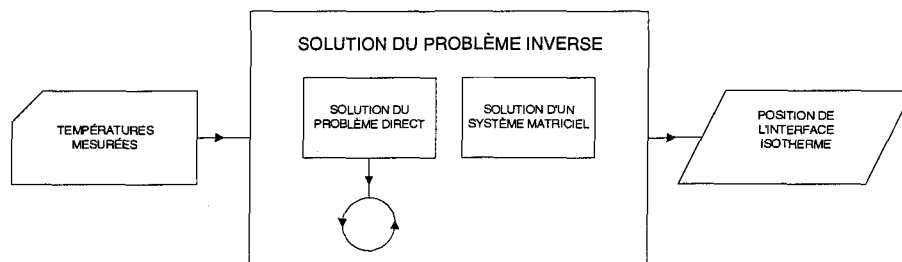


Figure 2.1 : Procédure d'identification de l'interface isotherme.

## 2.2. Solution du problème direct

Le champ de température dans un domaine solide est calculé lors de la solution du problème direct. Ce dernier est résolu à plusieurs reprises lors de l'identification de l'interface isotherme. Les températures sont obtenues en solutionnant l'équation différentielle de la diffusion de la chaleur avec la méthode des volumes finis.

### 2.2.1. Domaine de calcul

Deux matériaux composent le domaine. Dans le cadre des expériences au laboratoire, le matériau 1 est un bloc d'anthracite et le matériau 2 est une couche de sable. Dans le cas d'une identification dans la paroi de la cuve d'électrolyse, les matériaux 1 et 2 seraient respectivement la paroi de carbone et la gelée. Pour un calcul de la température dans le domaine  $\Omega$ , la position des frontières est fixée, de même que les conditions de frontière.

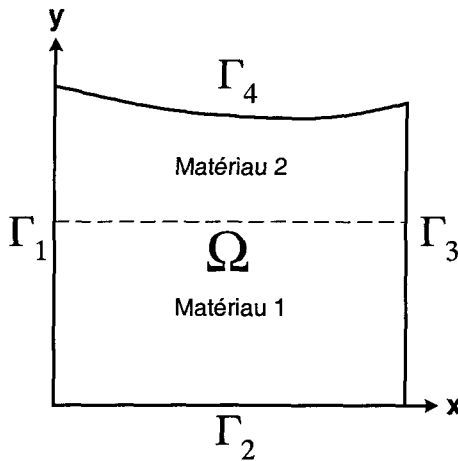


Figure 2.2 : Domaine de calcul.



### 2.2.2. Équation à résoudre

L'équation de la diffusion de la chaleur doit être solutionnée pour obtenir le champ de température à l'intérieur du domaine de calcul. Même si la température est calculée pour tout le domaine, seules les températures aux positions des mesures sont utilisées dans la procédure d'identification. Le programme est développé pour une analyse en deux dimensions en régime stationnaire. Les conductivités thermiques des matériaux 1 et 2 dépendent de la température.

$$\frac{\partial}{\partial x} \left( k(T) \frac{\partial T(x, y)}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial y} \left( k(T) \frac{\partial T(x, y)}{\partial y} \right) = 0 \quad . \quad (2.1)$$

Le transfert de l'énergie dans le domaine de calcul s'effectue de la frontière  $\Gamma_4$  à la frontière  $\Gamma_2$  (du bain électrolytique vers l'extérieur). Des conditions de frontière du premier type et du deuxième type sont prescrites. Une condition du premier type consiste à imposer une température (équation 2.2) alors qu'une condition du deuxième type impose un flux thermique (équation 2.3).

$$T(x, y)|_{\Gamma} = T_r \quad , \quad (2.2)$$

$$-k(T) \frac{\partial T(x, y)}{\partial x} \Big|_{\Gamma} = q_r'' \quad . \quad (2.3)$$

La précision de l'identification de l'interface dépend du respect des conditions de frontière prescrites dans le programme, par rapport aux conditions réelles. Ainsi, les conditions de frontière doivent être connues. Si elles ne le sont pas, il ne sera pas possible de procéder à l'identification.

La frontière  $\Gamma_4$  est l'interface isotherme qui doit être identifiée. Dans le cas d'une identification dans la paroi réelle, cette température correspond à la température de changement de phase de la gelée. Pour les expériences en laboratoire,  $T_{\Gamma_4}$  est la température à la surface de la couche de sable. La position et la forme de cette frontière sont déterminées par la solution du problème inverse.

$$T(x, y) \Big|_{y=\text{interface}} = T_{\Gamma_4} \quad . \quad (2.4)$$

Les autres frontières ne sont pas déplacées. Les conditions de frontière à  $\Gamma_1$ ,  $\Gamma_2$  et  $\Gamma_3$  dépendent du milieu d'implantation du capteur et seront décrites dans le chapitre des résultats d'identification.

### 2.2.3. Volumes finis [*Patankar 1980*]

Plusieurs méthodes numériques permettent de calculer le champ de température dans le domaine  $\Omega$ . Les différences finies, les volumes finis ou les éléments finis peuvent être utilisés. La méthode des volumes finis présente plusieurs avantages étant donné la simplicité et la facilité avec laquelle elle peut être adaptée au programme global de solution du problème inverse.

#### 2.2.3.1. Description de la méthode

La méthode des volumes finis nécessite que le domaine de calcul soit discret. Ainsi, le domaine est divisé en volumes à l'intérieur desquels se trouvent des points d'évaluation de

la température (figure 2.3). L'équation différentielle de la diffusion de la chaleur (équation 2.1) est intégrée à l'intérieur de chacun des volumes.

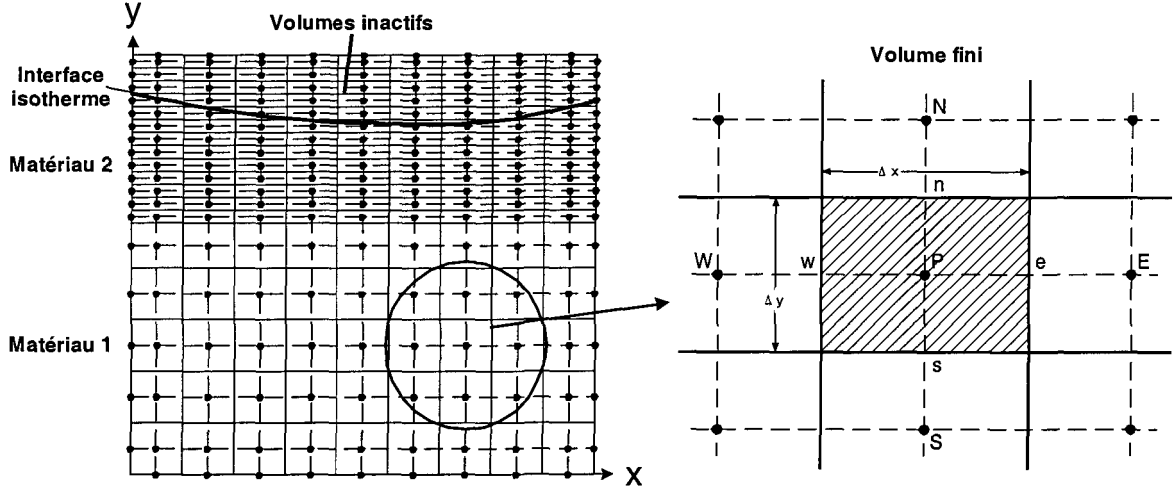


Figure 2.3 : Volumes finis à l'intérieur du domaine de calcul discret.

Les voisins du point d'évaluation  $P$  sont dénotés par les lettres majuscules  $E$  (est),  $W$  (ouest),  $S$  (sud) et  $N$  (nord). Ces points appartiennent à des volumes distincts, mais sont utilisés pour le calcul du bilan d'énergie au point  $P$ . Les limites du volume sont notées par les lettres minuscules  $e$ ,  $w$ ,  $s$  et  $n$ . L'équation différentielle de la diffusion de la chaleur en 2D :

$$\frac{\partial}{\partial x} \left( k \frac{\partial T}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial y} \left( k \frac{\partial T}{\partial y} \right) = 0 \quad ,$$

devient après une intégration sur le volume fini :

$$\left( k \frac{\partial T}{\partial x} \right)_e \Delta y - \left( k \frac{\partial T}{\partial x} \right)_w \Delta y + \left( k \frac{\partial T}{\partial y} \right)_n \Delta x - \left( k \frac{\partial T}{\partial y} \right)_s \Delta x = 0 \quad . \quad (2.5)$$

En supposant que le profil de température entre les points d'évaluation est linéaire, l'équation précédente se transforme en la relation :

$$\frac{k_e(T_E - T_P)}{(\delta x)_e} \Delta y - \frac{k_w(T_P - T_W)}{(\delta x)_w} \Delta y + \frac{k_n(T_N - T_P)}{(\delta y)_n} \Delta x - \frac{k_s(T_P - T_S)}{(\delta y)_s} \Delta x = 0 \quad , \quad (2.6)$$

qui peut être mise sous la forme :

$$a_P T_P = a_E T_E + a_W T_W + a_N T_N + a_S T_S \quad , \quad (2.7)$$

$$a_E = \frac{k_e \Delta y}{(\delta x)_e} \quad , \quad (2.8)$$

$$a_W = \frac{k_w \Delta y}{(\delta x)_w} \quad , \quad (2.9)$$

$$a_N = \frac{k_n \Delta x}{(\delta y)_n} \quad , \quad (2.10)$$

$$a_S = \frac{k_s \Delta x}{(\delta y)_s} \quad , \quad (2.11)$$

$$a_P = a_E + a_W + a_N + a_S \quad . \quad (2.12)$$

L'équation 2.7 doit être satisfaite pour l'ensemble des points d'évaluation de la température. Ces équations sont regroupées dans un système matriciel dont la solution détermine la température centrale des volumes. La solution de ce système requiert la prescription des conditions de frontière.

### 2.2.3.2. Conditions de frontière

Des conditions du premier type et du deuxième type sont prescrites sur les frontières du domaine. Les conditions du premier type n'ajoutent pas d'équation car la température

imposée se substitue directement aux valeurs inconnues à la frontière. Par contre, l'application des conditions du deuxième type augmente le nombre d'équations. En effet, une équation supplémentaire doit être solutionnée pour déterminer la température de la frontière. Cette équation est obtenue en intégrant l'équation 2.1 sur la moitié d'un volume fini. Ce volume est limité vers l'extérieur par le point d'évaluation à la frontière. Ainsi, en ne considérant qu'une dimension, l'équation différentielle :

$$\frac{\partial}{\partial x} \left( k \frac{\partial T}{\partial x} \right) = 0 \quad , \quad (2.13)$$

devient après intégration :

$$\left( k \frac{\partial T}{\partial x} \right)_F - \left( k \frac{\partial T}{\partial x} \right)_i = 0 \quad , \quad (2.14)$$

donc :

$$q_F'' - q_i'' = 0 \quad . \quad (2.15)$$

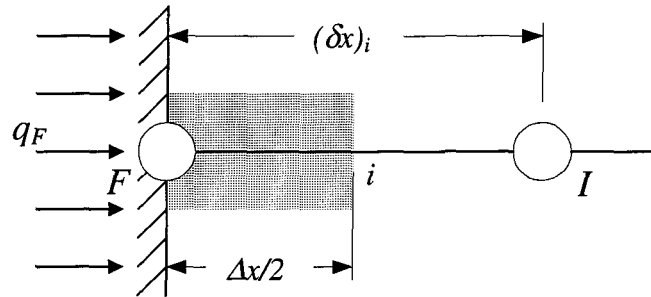


Figure 2.4 : Volume fini à la frontière.

Le flux à la frontière peut être écrit en fonction des températures  $T_F$  et  $T_I$  :

$$q_F'' - \frac{k_i (T_F - T_I)}{(\delta x)_i} = 0 \quad . \quad (2.16)$$

Ainsi, l'équation supplémentaire pour obtenir la température à la frontière lorsqu'un flux est appliqué est :

$$a_F T_F = a_F T_I + q_F'' \quad , \quad (2.17)$$

$$a_F = \frac{k_i}{(\delta x)_i} \quad . \quad (2.18)$$

S'il s'agit d'une frontière isolée ( $q_F'' = 0$ ) :

$$T_F = T_I \quad . \quad (2.19)$$

### 2.2.3.3. Conductivité thermique entre les matériaux

Les conductivités thermiques aux limites des volumes finis sont des paramètres importants pour le calcul des coefficients  $a_E$ ,  $a_W$ ,  $a_N$  et  $a_S$ . Lorsque le domaine est composé de zones ayant des conductivités différentes, et que la concentration de points d'évaluation de la température est plus dense à certains endroits (figure 2.3), une attention particulière doit être apportée au calcul des conductivités entre ces zones. Par exemple, à l'interface entre les matériaux, les volumes finis se trouvant dans le matériau 2 sont aplatis (la densité étant augmentée selon l'axe « y » pour permettre une identification plus précise de l'interface), alors que ceux dans le matériau 1 conservent leur forme carrée. À partir de l'interface entre les matériaux, la distance jusqu'au premier point d'évaluation dans le matériau 1 est plus grande que la distance jusqu'au premier point d'évaluation dans le matériau 2. La conductivité thermique à l'interface entre les matériaux dépendra de ces distances.

La conductivité thermique à la limite des sous-domaines peut être évaluée en presumant une variation linéaire de cette propriété entre les zones. Avec cette hypothèse, la conductivité thermique à la limite  $n$ , entre les points  $P$  et  $N$ , est calculée par une moyenne arithmétique :

$$k_n = f_n k_P + (1 - f_n) k_N \quad , \quad (2.20)$$

$$f_n \equiv \frac{(\delta y)_{n+}}{(\delta y)_n} \quad . \quad (2.21)$$

La distance  $(\delta y)_n$  étant la distance totale entre les points  $P$  et  $N$ , alors que la distance  $(\delta y)_{n+}$  est la distance entre la limite  $n$  et le point  $N$ . Cependant, cette méthode de calcul n'est pas appropriée lorsque la différence entre les conductivités est importante.

Une autre méthode permet une évaluation plus précise de la conductivité à la limite  $n$  : la moyenne harmonique. L'expression de la conductivité est donnée par la formule suivante :

$$k_n = \left( \frac{1 - f_n}{k_P} + \frac{f_n}{k_N} \right)^{-1} \quad . \quad (2.22)$$

Pour la solution du problème direct, la conductivité thermique aux limites des volumes finis est calculée avec cette méthode. Ainsi, la forte discontinuité de conductivité entre le matériau 1 et le matériau 2 peut être traitée. Par exemple, l'expression du coefficient  $a_N$  prendra la forme :

$$a_N = \frac{k_n \Delta x}{(\delta x)_n} = \left[ \frac{(\delta y)_{n-}}{k_P} + \frac{(\delta y)_{n+}}{k_N} \right]^{-1} \Delta x \quad . \quad (2.23)$$

Lorsque la conductivité  $k_N \rightarrow 0$ , le flux doit être nul. Le calcul de la conductivité par une moyenne harmonique donne un résultat adéquat car la conductivité  $k_n$  tend également vers 0, ce qui n'est pas le cas lorsque la moyenne arithmétique est utilisée. De plus, lorsque  $k_P \gg k_N$ , la conductivité thermique à la limite  $n$  tendra vers :

$$k_n \rightarrow \frac{k_N}{f_n} . \quad (2.24)$$

La conductivité  $k_n$  ne dépend que de  $k_N$  parce que la résistance thermique de l'autre matériau est négligeable. De plus, la conductivité  $k_n$  n'est pas égale à  $k_N$  parce que la température dans le volume  $P$  peut être considérée constante jusqu'à la limite  $n$  ( $k_P \gg k_N$ ). Ainsi, lors du calcul du flux de chaleur à l'interface  $n$ , ce n'est pas la distance  $(\delta y)_n$  qui sépare les températures  $T_P$  et  $T_N$ , mais la distance  $(\delta y)_{n+}$ . Le facteur  $1/f_n$  permet d'effectuer cette correction dans les calculs.

#### 2.2.3.4. Traitement des domaines complexes

Lors de la solution du problème inverse, l'interface isotherme  $\Gamma_4$  est déplacée pour se rapprocher le plus possible de la position réelle. Le programme d'identification permet à la frontière  $\Gamma_4$  de changer de position et de forme, pour qu'ensuite le champ de température dans le domaine soit calculé par la méthode des volumes finis.

La position de l'interface isotherme est déterminée par des points de contrôle. La coordonnée « y » de ces points forme le vecteur de la position de l'interface isotherme  $\vec{s} = (s_1, s_2, \dots, s_n)$ . La procédure d'identification détermine ce vecteur. Lorsque nécessaire,



une interpolation polynomiale du deuxième ordre est utilisée pour compléter la frontière.

Le problème direct peut alors être solutionné.

Pour représenter le domaine irrégulier sur un maillage fixe, certains volumes finis sont inactivés. Pour inactiver des volumes, une conductivité thermique élevée est assignée. La section précédente a montré qu'une forte discontinuité de la conductivité thermique entre des volumes ne causait pas d'erreur. Les volumes au-dessus et sur l'interface sont inactivés, et ceux sous l'interface forment le domaine de calcul (figure 2.5). Un maillage fin permet d'obtenir une bonne représentation de l'interface par des rectangles. Ainsi, le champ de température à l'intérieur du domaine de calcul, limité à la frontière  $\Gamma_4$  par une courbe irrégulière, peut être calculé.

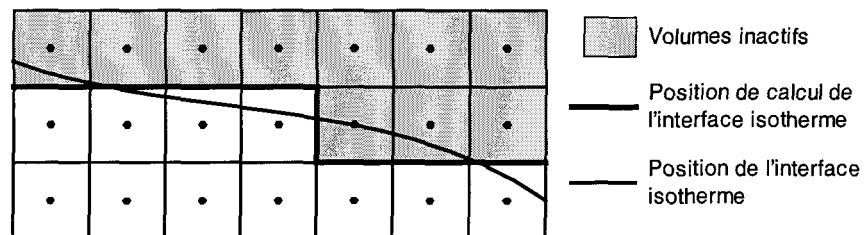


Figure 2.5 : Approximation de l'interface isotherme dans un maillage fixe.

## 2.3. Solution du problème inverse

### 2.3.1. Méthode de régularisation [*Beck 1985*]

La méthode de régularisation minimise la différence entre les températures lues par les thermocouples et des températures calculées, qui sont obtenues en solutionnant le problème direct. L'originalité de la méthode repose sur l'ajout d'un terme supplémentaire régularisant  $\alpha\Phi$ . Ce terme atténue les instabilités qui peuvent être présentes dans les solutions de ce type de problème. La variable  $\alpha$  est le coefficient de régularisation et  $\Phi$  est la fonction de régularisation. La fonctionnelle suivante doit être minimisée :

$$J = \iint (Y - T)^2 dx dy + \alpha\Phi \quad . \quad (2.25)$$

Le programme d'identification de l'interface isotherme est développé pour  $n$  thermocouples mesurant la température à l'intérieur du matériau 1 et  $n$  points de contrôle  $s_{(j=1,2,\dots,n)}$ , qui déterminent la forme de la frontière  $\Gamma_4$ . Ainsi, pour  $n$  mesures discrètes, l'équation précédente devient :

$$J = \sum_{i=1}^n (Y_i - T_i)^2 + \alpha\Phi \quad , \quad (2.26)$$

où  $Y_i$  est la température mesurée dans le matériau 1 par un thermocouple et  $T_i$  est la température calculée par la méthode directe au même endroit dans le domaine.

Trois ordres de régularisation peuvent être appliqués pour la stabilisation des résultats. Le vecteur position de l'interface  $\vec{s}$  doit être déterminé lors de la solution du problème

inverse. Ainsi, la régularisation agit directement sur les composantes  $s_1, s_2, \dots, s_n$ . Les équations suivantes montrent la forme que prend la fonction de régularisation  $\Phi$  :

$$\text{(ordre 0)} \quad \Phi \equiv \sum_{j=1}^n s_j^2 \quad , \quad (2.27)$$

$$\text{(ordre 1)} \quad \Phi \equiv \sum_{j=1}^{n-1} (s_{j+1} - s_j)^2 \quad , \quad (2.28)$$

$$\text{(ordre 2)} \quad \Phi \equiv \sum_{j=1}^{n-2} (s_{j+2} - 2s_{j+1} + s_j)^2 \quad , \quad (2.29)$$

La régularisation d'ordre 0 permet de réduire l'amplitude du vecteur  $\vec{s}$ . Ainsi, en cas d'instabilités, les composantes  $s_1, s_2, \dots, s_n$  sont diminuées indépendamment l'une de l'autre. Le paramètre de régularisation  $\alpha$  détermine l'importance de cette diminution. Pour un paramètre de régularisation très grand, le vecteur de la position de l'interface tendra vers 0 :

$$s_j = 0 \quad \text{lorsque} \quad \alpha \rightarrow \infty \quad . \quad (2.30)$$

En ce qui concerne l'ordre 1 de régularisation, ce sont les différences relatives entre les composantes du vecteur de position qui sont réduites. Encore une fois, le paramètre de régularisation  $\alpha$  détermine l'importance de la réduction. Lorsque le paramètre  $\alpha$  est très grand, les composantes du vecteur de position sont égalisées :

$$s_j = C \quad \text{lorsque} \quad \alpha \rightarrow \infty \quad . \quad (2.31)$$

Finalement, la régularisation d'ordre 2 réduit les différences de second ordre entre les composantes de  $\vec{s}$ . Ainsi, le taux de changement des composantes de  $\vec{s}$  est diminué, ce qui élimine les oscillations. Pour un paramètre de régularisation très grand, la position de l'interface prendra la forme d'une droite :

$$s_j = Ax_j + B \text{ lorsque } \alpha \rightarrow \infty, \quad (2.32)$$

où  $A$  et  $B$  sont des constantes et où  $x_j$  est l'abscisse de la composante  $s_j$ .

Pour simplifier la notation, la forme matricielle de l'équation 2.26 est utilisée pour la suite des développements :

$$J = (\vec{Y} - \vec{T})^T \cdot (\vec{Y} - \vec{T}) + \alpha W \left( (\vec{H}_\nu \vec{s})^T \cdot \vec{H}_\nu \vec{s} \right), \quad (2.33)$$

où l'indice  $\nu$  fait référence à l'ordre de régularisation et où :

$$\vec{Y} = \begin{bmatrix} Y_1 \\ Y_2 \\ \dots \\ Y_n \end{bmatrix}, \quad (2.34)$$

$$\vec{T} = \begin{bmatrix} T_1 \\ T_2 \\ \dots \\ T_n \end{bmatrix}, \quad (2.35)$$

$$\vec{s} = \begin{bmatrix} s_1 \\ s_2 \\ \dots \\ s_n \end{bmatrix}. \quad (2.36)$$

Le paramètre  $W$  est un facteur poids :

$$W = \max_i \left( \vec{X}^T \vec{X} \right)_{ii}, \quad (2.37)$$

où  $\vec{X}$  est la matrice des coefficients de sensibilité. Les détails sur ces coefficients sont donnés dans la section suivante. Les matrices  $\vec{H}_0$ ,  $\vec{H}_1$  et  $\vec{H}_2$  sont les matrices de régularisation spatiale. Par exemple, pour  $n = 4$  elles sont définies comme suit :

$$\text{(ordre 0)} \quad H_0 = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}, \quad (2.38)$$

$$\text{(ordre 1)} \quad H_1 = \begin{bmatrix} -1 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & -1 & 1 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}, \quad (2.39)$$

$$\text{(ordre 2)} \quad H_2 = \begin{bmatrix} 1 & -2 & 1 & 0 \\ 0 & 1 & -2 & 1 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}. \quad (2.40)$$

La position de l'interface  $\vec{s}$  est déterminée en minimisant la fonctionnelle  $J$ . Dans l'équation 2.33, seul le deuxième terme dépend explicitement de la position de l'interface. Il est nécessaire de formuler le vecteur  $\vec{T}$  du premier terme (le vecteur des températures calculées par la méthode directe) pour établir une dépendance sur la position de l'interface  $\vec{s}$ . Ainsi, le vecteur des températures calculées  $\vec{T}$  est remplacé par un développement linéaire qui dépend des coefficients de sensibilité et de la position de l'interface :

$$\vec{T} = \vec{T}^* + \vec{X}(\vec{s} - \vec{s}^*) \quad (2.41)$$

La procédure d'identification est itérative. Les variables  $\vec{T}^*$  et  $\vec{s}^*$  sont les températures et la position de l'interface résultant des calculs effectués à l'itération précédente. Si le problème ne nécessitait pas d'itération, ces variables seraient les valeurs initiales du problème. Ainsi, l'équation 2.33 devient :

$$J = (\vec{Y} - \vec{T}^* - \vec{X}(\vec{s} - \vec{s}^*))^T \cdot (\vec{Y} - \vec{T}^* - \vec{X}(\vec{s} - \vec{s}^*)) + \alpha W \left( (\vec{H}_v \vec{s})^T \cdot \vec{H}_v \vec{s} \right) \quad (2.42)$$

La minimisation est obtenue en calculant la première dérivée matricielle par rapport aux  $n$  composantes du vecteur  $\vec{s}$  et en égalant le résultat à zéro :

$$\frac{\partial J}{\partial \vec{s}} \equiv \begin{bmatrix} \frac{\partial J}{\partial s_1} \\ \frac{\partial J}{\partial s_2} \\ \dots \\ \frac{\partial J}{\partial s_n} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0 \\ 0 \\ \dots \\ 0 \end{bmatrix} . \quad (2.43)$$

Il est également nécessaire d'utiliser l'identité :

$$\frac{\partial}{\partial \vec{s}} \left( (\vec{X} \cdot \vec{s})^T \cdot (\vec{X} \cdot \vec{s}) \right) = 2 \vec{X}^T \cdot \vec{X} \cdot \vec{s} . \quad (2.44)$$

Après quelques réarrangements, l'équation 2.42 minimisée prend la forme d'un système matriciel :

$$\boxed{(\vec{X}^T \cdot \vec{X} + \alpha W \vec{H}_v \cdot \vec{H}_v) \cdot \vec{s} = \vec{X}^T \cdot (\vec{Y} - \vec{T}^*) + \vec{X}^T \cdot \vec{X} \cdot \vec{s}^*} . \quad (2.45)$$

La solution de ces équations détermine la position des points de contrôle sur l'interface ( $s_1, s_2, \dots, s_n$ ). La méthode d'élimination de Gauss est utilisée pour résoudre le système.

### 2.3.2. Coefficients de sensibilité

Le calcul des coefficients de sensibilité est essentiel pour la solution du problème inverse. En effet, c'est par ces coefficients qu'un lien est établi entre la position de l'interface et les températures calculées aux positions des mesures (équation 2.41). La matrice  $\vec{X}$  contient les coefficients de sensibilité de toutes les combinaisons possibles entre

les températures mesurées et les points de contrôle sur l'interface. Par exemple, pour  $n = 4$  la matrice de sensibilité prend la forme :

$$\tilde{X} = \begin{bmatrix} X_{11} & X_{12} & X_{13} & X_{14} \\ X_{21} & X_{22} & X_{23} & X_{24} \\ X_{31} & X_{32} & X_{33} & X_{34} \\ X_{41} & X_{42} & X_{43} & X_{44} \end{bmatrix}, \quad (2.46)$$

$$X_{ij} = \frac{\partial T_i}{\partial s_j}. \quad (2.47)$$

Cette matrice n'a pas d'élément nul. Tous les coefficients doivent être calculés car le problème est résolu en espace et non en temps. Dans le cas d'une analyse temporelle, les éléments au-dessus de la diagonale seraient nuls. En effet, la réponse au temps  $j$  ne pourrait être affectée par un événement se produisant au temps  $j+1$ .

La matrice de sensibilité est au cœur du système matriciel 2.45. Lors de la solution, une portion importante du temps de calcul est consacrée à la détermination des coefficients de sensibilité. Ces coefficients sont calculés à chacune des itérations parce que le problème n'est pas linéaire. Même si l'équation gouvernante et les conditions de frontière l'étaient, le problème ne serait pas linéaire parce qu'il y a des changements dans la géométrie du domaine de calcul au cours de l'identification. Il est également important de mentionner que les points de contrôle, déterminant la position de l'interface isotherme, ont une zone d'influence. Si le nombre de points de contrôle est inférieur au nombre de volumes finis dans la direction « x », la zone d'influence englobe la largeur de plusieurs volumes. Par contre, dans le cas où un volume fini correspond à chacun des points de contrôle de

l'interface, la zone d'influence se limite à la largeur du volume. Les différentes zones d'influence pour les cas étudiés sont décrites dans le chapitre des résultats.

Les coefficients de sensibilité sont obtenus en évaluant les différences de température aux positions de mesure lorsque les points de contrôle sur l'interface sont déplacés. Pour évaluer  $X_{il}$ , les températures  $\vec{T}^*$ , qui ont été calculées à l'itération précédente avec la position de l'interface  $\vec{s}^*$ , sont mises en mémoire. Ensuite, un nouveau calcul est fait avec la position du point de contrôle perturbée  $s_l^{**} = s_l^* + \varepsilon$ . La position de calcul de l'interface isotherme de la zone d'influence 1 est alors déplacée de  $\varepsilon$ . Ainsi, ce calcul détermine le vecteur des températures perturbées  $\vec{T}^{**}$  aux positions des mesures. Les coefficients de sensibilité sont évalués par une approximation en différences finies.

$$X_{il} = \frac{T_i^{**} - T_i^*}{\varepsilon} . \quad (2.48)$$

Finalement, l'interface retourne à sa position originale  $s_l^* = s_l^{**} - \varepsilon$ . Les calculs doivent être refaits pour les autres points de contrôle de l'interface. À chacune des itérations, le calcul des coefficients de sensibilité nécessite  $n + 1$  solutions du problème direct.

### 2.3.3. Paramètre de régularisation

Le paramètre de régularisation  $\alpha$  doit être ajusté de manière à ce que l'identification soit précise. La valeur optimale se situe à l'intérieur d'une marge de près d'un ordre de grandeur. Lors d'une identification, le paramètre peut être fixe. Dans ce cas, une valeur



entre  $0,01 < \alpha < 0,001$  est, la plupart du temps, recommandée. Il n'existe pas de méthode fiable pour le calculer théoriquement, mais l'essai de plusieurs valeurs et la comparaison des résultats d'identification permettent une détermination empirique. Il est également possible d'ajuster le paramètre de régularisation en fonction des erreurs de mesure. En effet, la température mesurée par un thermocouple peut être définie comme la somme de la température exacte et d'une erreur  $\lambda$  :

$$Y_i = T_i^{\text{exact}} + \lambda_i \quad . \quad (2.49)$$

À partir de la connaissance des paramètres statistiques de l'erreur sur les mesures, il est possible de calculer la fonction d'écart généralisé [Kurpisz 1995] :

$$\rho(\alpha) = \left[ (\vec{Y} - \vec{T})^T \cdot (\vec{Y} - \vec{T}) \right] - \delta^2 \quad . \quad (2.50)$$

Si la variance des erreurs  $\sigma$  est la même pour toutes les mesures, le niveau de bruit est défini comme :

$$\delta^2 = n\sigma^2 \quad . \quad (2.51)$$

Une racine de la fonction  $\rho(\alpha)$  correspond à une valeur optimale du paramètre de régularisation. La fonction d'écart généralisé est évaluée à la fin de l'identification. Si l'écart généralisé est important, le paramètre doit être changé et le problème inverse doit être solutionné de nouveau. Le comportement de l'écart généralisé en fonction du paramètre de régularisation est montré à la figure 2.6.

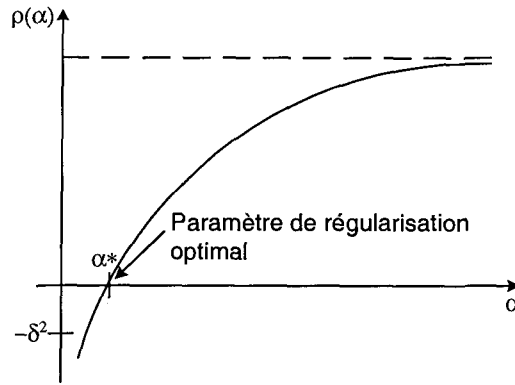


Figure 2.6 : Variation de la fonction d'écart généralisé.

Pour commencer la recherche d'une racine de  $\rho(\alpha)$ , le paramètre de régularisation est fixé à une valeur relativement élevée, de manière à ce que la fonction d'écart généralisé soit positive. Ensuite, il suffit de diminuer la valeur du paramètre jusqu'à ce que l'écart généralisé devienne négatif. Il est possible d'effectuer une procédure itérative dans laquelle le paramètre de régularisation est de moins en moins diminué lorsqu'il se rapproche de la valeur optimale. La relation suivante permet de converger sur le paramètre de régularisation optimal [Kurpisz 1995] :

$$\alpha = \alpha_0 c^p, \quad (2.52)$$

où  $\alpha_0$  est la valeur initiale,  $0 < c < 1$  et  $p$  est le nombre d'identifications effectué.



Le programme d'identification détermine la position de la frontière  $\Gamma_4$  à partir des mesures de température  $\vec{Y}$  prises dans le matériau 1. Les mesures, qui sont les entrées du programme, ne changent pas au cours de l'identification. Ces mesures proviennent d'expériences numériques, d'expériences en laboratoire, ou de la paroi d'une cuve d'électrolyse.

Pour débiter l'identification, le problème direct est résolu avec la position initiale de la frontière  $\Gamma_4$ . Les températures aux positions des mesures sont calculées et mises en mémoire dans le vecteur  $\vec{T}^*$ . Par la suite, la matrice des coefficients de sensibilité est évaluée (équation 2.47). Pour ce faire, chacun des points de contrôle sur l'interface est déplacé pour le calcul des températures  $\vec{T}^{**}$  aux positions des mesures. Une nouvelle position de la frontière  $\Gamma_4$  est obtenue par la solution du système matriciel 2.45. La position de la frontière  $\Gamma_4$  est ajustée à la nouvelle position et le champ de température à l'intérieur du domaine de calcul est évalué de nouveau. Ces étapes sont répétées tant que la variation  $\Delta\vec{s}$  est supérieure au critère de convergence  $\vec{D}$ . Un nombre maximal  $k = 10$  d'itération est fixé.

Si le paramètre de régularisation a été préalablement fixé dans le programme, il y a impression des résultats et arrêt du programme lorsque l'interface est identifiée. Par contre, si le paramètre de régularisation est ajusté en fonction de l'erreur sur les mesures, la fonction d'écart généralisé est évaluée lorsque l'identification est terminée. Pour une

fonction d'écart positive, le paramètre de régularisation est modifié selon l'équation 2.52. La procédure d'identification recommence avec ce nouveau paramètre. Le paramètre de régularisation est ajusté tant que la fonction d'écart généralisé demeure positive.

## **3.**

# **Dispositif expérimental**

### **3.1. Introduction**

Un dispositif expérimental reproduisant certaines conditions de l'environnement de la paroi de la cuve d'électrolyse a été construit. Dans un premier temps, ce chapitre décrit le montage ainsi que le bloc d'anthracite instrumenté. La méthode d'implantation des thermocouples et l'arrangement spatial de ces derniers dans le bloc sont explicités. La section suivante présente les expériences préliminaires qui ont été effectuées et les modifications apportées au montage. Finalement, les conductivités thermiques des matériaux sont évaluées. Les conductivités thermiques de l'anthracite et du sable sont des paramètres importants dans le programme d'identification.

### **3.2. Description du dispositif**

Le dispositif expérimental comprend une table centrale et un four. Un support maintient le four de manière à ce que l'ouverture de la porte soit vers le bas, au-dessus de la table centrale. C'est sur cette dernière que la partie instrumentée du montage, qui remplace la

porte du four, est installée. Le four possède une cavité cubique et peut fonctionner à 1 000°C en opération continue. Un piston à air comprimé facilite l'ouverture et la fermeture du four (figure 3.1). La partie instrumentée du montage expérimental est composée d'un morceau d'anthracite, d'une couche de sable et d'un bloc de graphite (figure 3.2). Le bloc d'anthracite représente la paroi de la cuve alors que la couche de sable représente la gelée. Un bloc de graphite, qui permet d'uniformiser la température à la surface du sable, est déposé sur la couche de sable. Le système est isolé latéralement. Lors de l'opération, la partie supérieure du bloc de graphite est chauffée par le four, et la chaleur s'échappe par la partie inférieure du bloc d'anthracite.

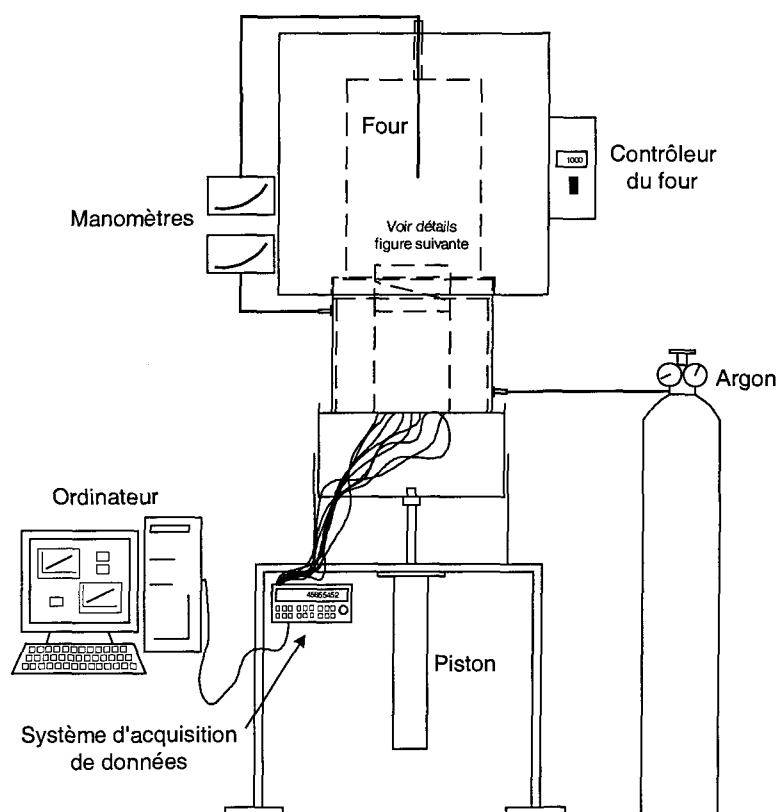


Figure 3.1 : Dispositif expérimental.

Parce que l'oxygène réagit avec le carbone pour former du  $\text{CO}_2$  lorsque la température dépasse  $500^\circ\text{C}$ , une atmosphère protectrice d'argon est créée autour des constituants de la partie instrumentée. Le débit d'argon est ajusté de manière à ce que la pression soit positive à l'intérieur de la boîte d'acier et dans le four. Les thermocouples sont branchés sur un système d'acquisition de données et les mesures sont transférées à un ordinateur qui les enregistre.

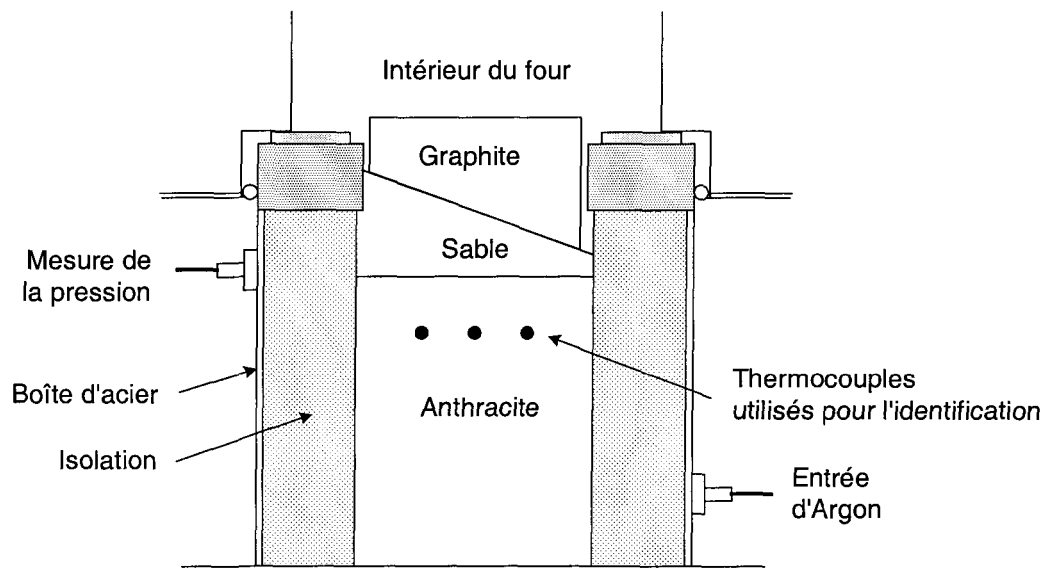


Figure 3.2 : Agrandissement de la section centrale du montage.

La forme et l'épaisseur de la couche de sable peuvent être changées. Les surfaces isothermes sont créées en plaçant des blocs de graphite de différentes formes (figure 3.3) sur le dessus de la couche de sable.



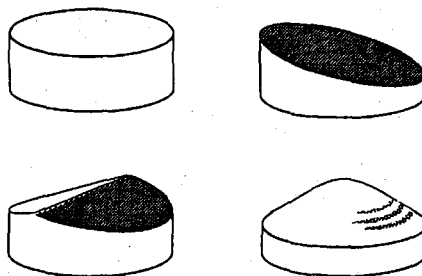


Figure 3.3 : Blocs de graphite utilisés pour les expériences en laboratoire.

### 3.3. Instrumentation du bloc d'anthracite

#### 3.3.1. Méthode d'implantation des thermocouples

Les thermocouples utilisés pour l'identification de l'interface isotherme ont été insérés dans le bloc d'anthracite. Il s'agit de thermocouples de type K, gainés d'un alliage Inconel® et ayant un diamètre de 1,6 mm. Parce que l'anthracite est dur, il n'a pas été possible de percer des trous du même diamètre que les thermocouples. Par conséquent, des trous d'un diamètre de 12,7 mm ont été percés sur presque toute la longueur désirée. L'extrémité des trous, 6,4 mm, a été percée au même diamètre que les thermocouples. De petits cylindres d'anthracite d'un diamètre de 12,7 mm de diamètre ont été machinés et percés d'un trou de 1,6 mm de diamètre en leur centre. Les thermocouples ont été introduits dans un nombre suffisant de cylindres, puis insérés dans le bloc d'anthracite. Une pâte conductrice contenant une forte proportion de poussière d'anthracite a été étendue entre les différentes composantes pour limiter les perturbations dans le champ de température (figure 3.4).

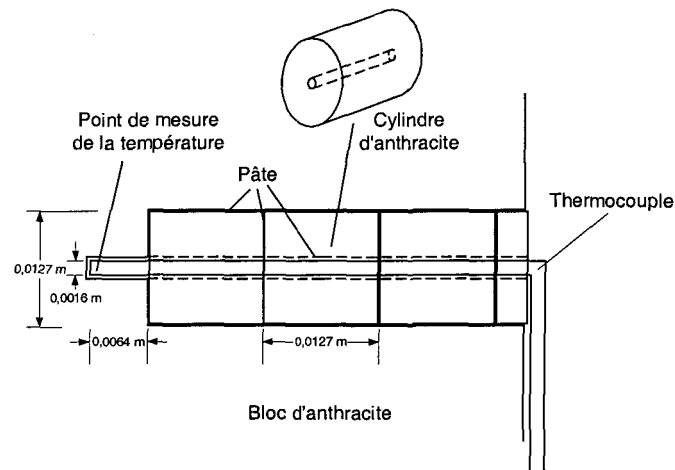


Figure 3.4 : Insertion des thermocouples dans le bloc d'anthracite.

### 3.3.2. Position des thermocouples dans l'anthracite

Le capteur est formé de thermocouples. Dans le cadre des expériences en laboratoire, des thermocouples supplémentaires ont été implantés pour effectuer une analyse plus complète des échanges thermiques. Ainsi, le bloc d'anthracite est instrumenté de 10 thermocouples. La figure 3.5 présente la position des thermocouples dans le bloc d'anthracite.

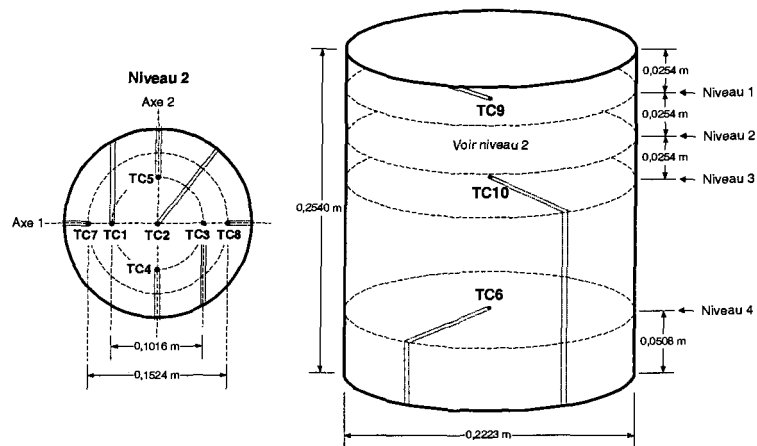


Figure 3.5 : Position des thermocouples dans le bloc d'anthracite.

Le programme d'identification a comme entrée des mesures de température. Ces mesures sont prises par des thermocouples implantés dans le bloc d'anthracite au niveau 2. Étant donné que les calculs sont faits en 2D, les thermocouples suivant un même axe sont utilisés. Un thermocouple supplémentaire est utilisé pour déterminer la condition de la frontière inférieure. Sur l'axe 1, différentes combinaisons de thermocouples peuvent être utilisées pour une identification. Il est important de noter que le programme d'identification peut également utiliser des températures provenant d'une interpolation entre les mesures.

### **3.4. Mise en opération du dispositif expérimental**

Des expériences ont été menées dans le but de vérifier certains paramètres et d'améliorer le fonctionnement du dispositif expérimental. Dans le cadre de ces expériences, le temps de stabilisation, le comportement général du montage, ainsi que les températures et le flux dans le bloc d'anthracite ont été déterminés. Les premières expériences ont mis en évidence les lacunes de la configuration originale du montage. Les faibles valeurs de températures et de flux dans l'anthracite, ainsi que la combustion du bloc de graphite sont apparues comme étant les problèmes à résoudre. La description de la section précédente (figure 3.1 et 3.2) correspond au montage final qui a été utilisé pour les expériences d'identification.

#### **3.4.1. Températures et flux dans le bloc d'anthracite**

Pour bien reproduire les échanges thermiques présents dans la paroi de la cuve d'électrolyse, les températures et le flux de chaleur dans le bloc d'anthracite doivent être similaires aux valeurs mesurées expérimentalement en usine. Les objectifs de la première

expérience étaient de déterminer le temps nécessaire pour stabiliser le système, et de vérifier les niveaux de température et de flux. Une couche de sable de 26 mm a été déposée uniformément sur le dessus du bloc d'anthracite. Le système d'injection d'argon décrit à la figure 3.2 n'était pas présent. Au départ, il n'y avait pas de boîte d'acier. L'azote était injecté directement à l'intérieur du four vers le haut, à différents endroits autour du bloc de graphite.

Tableau 3.1 : Températures et flux dans le graphite et dans l'anthracite.

			<i>V1</i>	<i>V2</i>	<i>SV</i>	<i>TAUG</i>
<i>Température</i> (°C)	<i>Graphite</i>		923,0	918,0	917,0	955,0
	<i>Anthracite</i>	<i>Niveau 1</i>	299,0	368,0	436,5	458,0
		<i>Niveau 2*</i>	279,5	351,0	420,5	441,0
		<i>Niveau 3</i>	262,5	336,0	407,5	427,0
		<i>Niveau 4</i>	172,5	258,0	340,0	354,5
<i>Flux (W/m<sup>2</sup>)</i>			3 870	3 580	3 280	3 570

\* Moyenne des mesures des thermocouples TC1, TC2, TC3, TC4 et TC5.

Un ventilateur de 10 cm de diamètre (« V1 ») a été placé sous l'anthracite pour augmenter le flux de chaleur à travers le système. Ensuite, parce que les températures étaient basses dans le bloc d'anthracite, le ventilateur a été remplacé par un plus petit d'un diamètre de 5 cm (« V2 ») et finalement enlevé (« SV »). Les températures dans bloc d'anthracite étant encore trop basses, la température du four a été augmentée à 1 050°C (« TAUG ») pour la dernière partie de l'expérience. Le bloc de graphite était protégé par un revêtement.

Il n'a pas été possible d'atteindre l'état stationnaire. Les températures mesurées diminuaient de 1,0°C par heure dans le bloc de graphite et de plus de 0,2°C par heure dans le bloc d'anthracite. Après le changement de ventilateur, les températures ont augmenté d'une centaine de degrés dans l'anthracite pour ensuite redescendre lentement d'une vingtaine de degrés. La diminution des températures a également été observée sans ventilateur et avec une température du four de 1 050°C. La combustion du bloc de graphite fut constatée à l'ouverture du four. Il a été conclu que les diminutions de température résultaient de la combustion du bloc de graphite, qui a été remplacé après cette expérience.

Tableau 3.2 : Différences de température au niveau 2 du bloc d'anthracite.

	$\Delta T$ (°C)			
	V1	V2	SV	TAUG
<i>Axe 1</i>	2,7	2,4	2,0	2,0
<i>Axe 2</i>	0,8	0,8	1,0	1,1

Pour chacune des étapes de l'expérience, les différences de température au niveau 2 sont faibles. Il s'agit du résultat attendu pour une couche de sable uniforme. En effet, ce résultat montre que l'interface entre le bloc de graphite et la couche de sable est isotherme, que les pertes de chaleur latérales sont négligeables et que le mode de transfert de la chaleur est unidimensionnel. Ainsi, avec V1, l'écart maximum entre les températures du niveau 2 était de 2,7°C. La température la plus basse était à l'une des extrémités du bloc, sur l'axe 1, alors que la température la plus haute était située à l'opposé.

Les températures dans le bloc d'anthracite se sont stabilisées après plus de 30 heures. Normalement, les températures devaient se maintenir mais la combustion du bloc de graphite a perturbé les échanges thermiques. Malgré les différentes configurations d'opération, les températures et le flux dans le bloc d'anthracite sont demeurés faibles (une opération continue du four à 1 050 °C était exclue). Un moyen d'augmenter le transfert de chaleur consistait à accroître la conductivité thermique du sable.

### **3.4.2. Augmentation de la conductivité thermique du sable**

Les objectifs de la seconde manipulation étaient d'évaluer l'effet d'un nouveau sable, composé de plus gros grains, et de diminuer la combustion du bloc de graphite en injectant de l'argon dans le four (à la place de l'azote). Le bloc de graphite était protégé par un enduit. Dans un premier temps, la température dans le four a été augmentée graduellement jusqu'à 1 000°C. Le maximum des températures dans le bloc d'anthracite a été atteint après 24 heures. Comme précédemment, il y a eu une diminution des températures attribuable à la combustion du bloc de graphite. La température dans le graphite a atteint un maximum de 938°C pour ensuite redescendre jusqu'à 894°C. Les températures se sont stabilisées après plus de 48 heures. La température moyenne au niveau 2 a atteint 482,5°C alors que le flux a dépassé 4 200 W/m<sup>2</sup>. Ainsi, avec ce sable, les échanges thermiques de la paroi de la cuve d'électrolyse étaient bien représentés.

Tableau 3.3 : Températures et flux dans le graphite et dans l'anthracite (nouveau sable).

	<i>Graphite</i>	<i>Anthracite</i>			
		<i>Niveau 1</i>	<i>Niveau 2*</i>	<i>Niveau 3</i>	<i>Niveau 4</i>
<i>Température (°C)</i>	893,9	502,1	482,5	466,4	382,5
<i>Flux (W/m<sup>2</sup>)</i>	4 230				

\* Moyenne des mesures des thermocouples TC1, TC2, TC3, TC4 et TC5.

### 3.4.3. Limitation de la combustion du bloc de graphite

Les mouvements d'air à l'intérieur du four augmentaient la combustion du graphite, car il n'était pas possible d'enlever complètement l'oxygène dans le four. Ainsi, une boîte d'acier a été placée autour de la section instrumentée et les joints ont été calfeutrés avec de la silicone résistant aux températures élevées. Un cordon de fibre de verre enrobé de silicone fut placé à chaque fermeture sur le pourtour de la porte. Le système d'injection d'argon autour du bloc de graphite a été retiré pour ne laisser que l'entrée de gaz dans la boîte d'acier, limitant ainsi les mouvements de gaz dans le four. Ces modifications du montage, ainsi que l'application d'un enduit protecteur sur le bloc, ont éliminé la combustion du morceau de graphite.

### 3.5. Conductivités thermiques des matériaux

L'analyse de la conductivité thermique de matériaux, tels que le sable et l'isolation fibreuse, est complexe. La conductivité thermique est une propriété de transport qui ne peut pas être évaluée par des règles simples de mélange, directement à partir des conductivités propres des différents constituants de la substance. Ainsi, en plus de la densité, plusieurs autres facteurs influencent la conductivité de ces matériaux. Le transfert de chaleur dans les matériaux inhomogènes est généralement un phénomène complexe qui fait intervenir simultanément les trois modes de transfert de chaleur : la conduction, la convection et la radiation. La contribution du mode de transfert de chaleur par radiation augmente lorsque la densité du matériau est moindre. De plus, ce mode contribue à une part de plus en plus importante de la conductivité totale à partir de 420 K. Ainsi, pour tenir compte de la complexité des échanges thermiques, une conductivité thermique équivalente  $k_{equi}$  est définie. Il est possible de déterminer la conductivité équivalente par des mesures expérimentales.

$$k_{equi} = k_{conduction} + k_{convection} + k_{radiation} \quad . \quad (3.1)$$

Selon le matériau et les conditions d'opération, la conductivité équivalente dépendra :

- ❑ de la conductivité thermique de chacun des constituants,
- ❑ de la porosité,
- ❑ des échanges radiatifs,
- ❑ de la pression appliquée,
- ❑ des résistances de contact dans le système,
- ❑ du transfert de chaleur par un mouvement du fluide.



Les conductivités thermiques du graphite, de l'anthracite et de l'isolation sont connues. Seule la conductivité thermique équivalente du sable a été évaluée expérimentalement dans le cadre de ces travaux.

### 3.5.1. Graphite

La conductivité du graphite augmente avec la température jusqu'à 80 K, pour ensuite décroître entre 300 K et 3300 K. Il y a un maximum entre 80 – 300 K. La valeur maximale de la conductivité thermique dépend de nombreux paramètres, tels que les imperfections du réseau, les impuretés, etc. La conductivité thermique des blocs de graphite à 950°C est estimée à :

$$k_{\text{graphite}} \approx 40 \text{ W / mK} . \quad (3.2)$$

### 3.5.2. Anthracite

Des mesures expérimentales ont déterminé la conductivité thermique de l'anthracite entre 400°C et 600°C :

$$k_{\text{anthracite}} \approx 7 \text{ W / mK} . \quad (3.3)$$

### 3.5.3. Isolation

L'isolation a une conductivité thermique de plus d'un ordre de grandeur plus petite que celle de l'anthracite, ce qui permet de minimiser les pertes de chaleur latérales. À 400°C, la conductivité de l'isolation fibreuse de silicate de calcium est :

$$k_{\text{isolation}} \approx 0.10 \text{ W / mK} . \quad (3.4)$$

### 3.5.4. Sable

Le sable utilisé au laboratoire est composé principalement de quartz. Les grains sont blancs et ils ont un diamètre moyen d'environ 1 mm. Lors des expérimentations, la couche de sable est chauffée de manière à ce que la surface supérieure soit à une température entre 910°C et 960°C. La température moyenne dans la couche de sable est approximativement 700°C. À cette température, le transfert radiatif est important.

Les expériences avec une couche uniforme permettent de calculer la conductivité thermique équivalente du sable en fonction de la température moyenne. Les expériences ont été effectuées avec les épaisseurs de sable suivantes : 14 mm (A), 27 mm (B), 38 mm (C) et 49 mm (D). L'épaisseur exacte de la couche de sable a été mesurée après chacune des expériences. La connaissance des conductivités thermiques, ainsi que les températures mesurées par les thermocouples permettent l'évaluation de la conductivité thermique du sable.

Tableau 3.4 : Températures dans le graphite et dans l'antracite (couches uniformes).

	Uniforme A		Uniforme B		Uniforme C		Uniforme D	
Épaisseur de sable (mm)	14		27		38		49	
T <sub>Niveau 1</sub> ( °C)	590,8		475,1		415,6		366,9	
T <sub>Niveau 2</sub> ( °C)	TC7=561,1*	563,4	TC7=453,8*	455,5	TC7=398,4*	399,7	TC7=352,2*	353,7
	TC1=561,9		TC1=454,4		TC1=398,9		TC1=352,8	
	TC2=563,3		TC2=455,4		TC2=399,7		TC2=353,8	
	TC3=565,5		TC3=456,8		TC3=400,9		TC3=355,0	
	TC8=564,8*		TC8=456,4*		TC8=400,6*		TC8=354,8*	
	TC4=564,7		TC4=455,9		TC4=400,2		TC4=354,1	
	TC5=561,7		TC5=454,9		TC5=398,9		TC5=353,0	
T <sub>Niveau 3</sub> ( °C)	540,9		438,9		386,2		342,4	
T <sub>Niveau 4</sub> ( °C)	431,9		359,3		320,9		287,8	
T <sub>Graphite</sub> ( °C)	919,5		931,7		946,3		959,5	
T <sub>surface</sub> ( °C)	912,2**		926,7**		942,3**		956,3**	

\* Valeur qui n'a pas été utilisée pour le calcul de la température moyenne.

\*\* Estimée à partir de la température mesurée dans le graphite et du flux calculé.

La conductivité thermique est calculée à partir de la loi de Fourier. La différence de température entre deux niveaux, la distance, ainsi que la conductivité thermique moyenne de l'antracite entre ces niveaux permettent de calculer le flux de chaleur traversant le bloc d'antracite, qui est le même que celui qui traverse la couche de sable. Les calculs ont été faits pour les niveaux 2 et 4 et les niveaux 3 et 4. La valeur moyenne des deux flux fut utilisée. En plus du flux thermique, il est nécessaire de connaître la différence de température entre les faces inférieure et supérieure de la couche de sable. Les températures mesurées au centre du bloc de graphite et dans l'antracite au niveau 2 ont été extrapolées jusqu'aux surfaces supérieure et inférieure de la couche de sable. La conductivité thermique

du sable est calculée directement à partir du flux, de la différence de température et de l'épaisseur de sable:

$$k_{equi} = \frac{q'' \cdot \Delta y_{sable}}{\Delta T_{sable}} . \quad (3.5)$$

Tableau 3.5 : Paramètres utilisés pour déterminer la conductivité thermique du sable.

	<i>Uniforme A</i>	<i>Uniforme B</i>	<i>Uniforme C</i>	<i>Uniforme D</i>
$\Delta y_{sable} (mm)$	14	27	38	49
$\Delta T_{sable} (^\circ C)$	308	441	518	582
<i>Flux</i> ( $W/m^2$ )	5 780	3 970	3 150	2 557
$T_{moyenne} (^\circ C)$	758	706	684	666

Tableau 3.6 : Conductivité thermique du sable.

<i>Température (°C)</i>	$k_{sable} (W/mK)$
666	0,22
684	0,23
706	0,24
758	0,26

Une régression linéaire permet d'obtenir l'équation de la conductivité thermique en fonction de la température. Cette équation est utilisée dans le programme d'identification.

## **4.**

# **Résultats d'identification**

### **4.1. Introduction**

La procédure d'identification est validée à partir des mesures de température prises dans le dispositif expérimental. Ce chapitre présente les expériences effectuées ainsi que les résultats d'identification obtenus. Dans un premier temps, le domaine de calcul et les conditions de frontière sont explicités. La section suivante détaille les expériences effectuées et présente les résultats d'identification. Le paramètre de régularisation a été changé et différents groupes de thermocouples ont été utilisés pour l'identification des courbes. Finalement, l'influence de la précision de la température d'interface et des conductivités thermiques prescrites dans le programme a été déterminée.

### **4.2. Domaine de calcul**

Le domaine de calcul délimite un espace dans lequel une des frontières représente l'interface isotherme qui doit être identifiée. Ainsi, le domaine de calcul se situe à l'intérieur de la section centrale du dispositif expérimental. Dans le cadre des expériences

en laboratoire, le matériau 1 est le bloc d'anthracite et le matériau 2 est le sable. L'épaisseur et la forme de la couche de sable sont déterminées lors de l'identification des courbes.

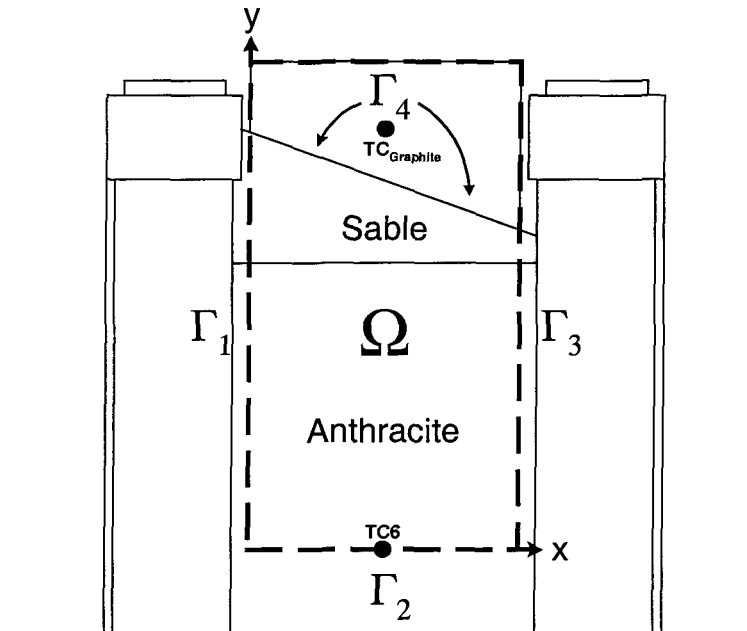


Figure 4.1 : Domaine de calcul pour l'identification de l'interface isotherme.

Lors de la solution du problème direct, le champ de température à l'intérieur du domaine est calculé par la méthode des volumes finis. Il y a 9 volumes selon l'axe « x » et 118 volumes en « y ». La largeur selon « x » des volumes est uniforme, alors qu'il y a un changement selon l'axe « y ». En effet, la densité des points d'évaluation de la température est plus grande en « y », dans le matériau 2, où il y a 108 volumes comparativement à 10 volumes dans le matériau 1.

L'interface isotherme peut être définie à partir de 3 ou 7 points de contrôle. Lorsque 3 points de contrôle sont utilisés, une interpolation polynomiale d'ordre 2 est effectuée entre les points. Avec 7 points de contrôle, il n'est pas nécessaire d'effectuer une interpolation, car la position de l'interface est définie sur l'ensemble de la frontière. Pour le calcul des coefficients de sensibilité, la position de l'interface isotherme est déplacée de  $\varepsilon$  dans chacune des zones d'influence. La figure 4.2 montre les zones d'influence dans les cas où 3 et 7 points de contrôle sont utilisés.

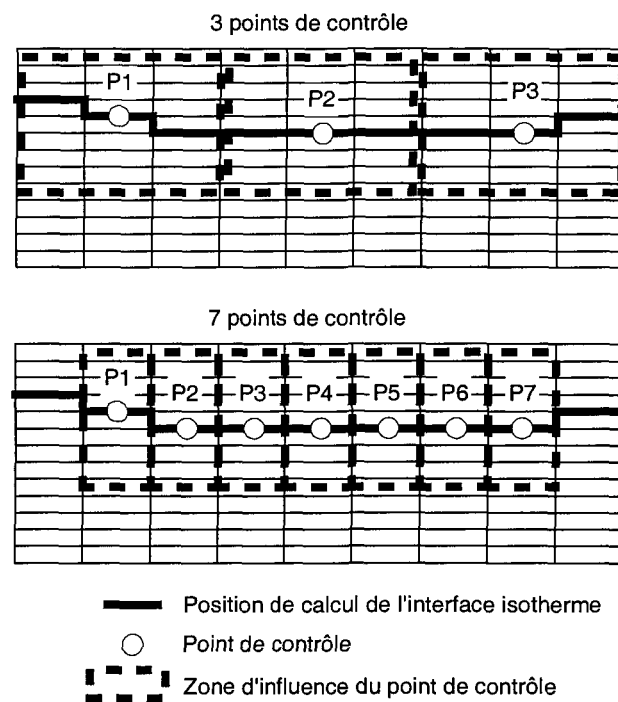


Figure 4.2 : Zone d'influence des points de contrôle de l'interface.

### 4.3. Conditions de frontière

Le transfert de chaleur s'effectue de l'intérieur du four vers l'extérieur, avec des pertes d'énergie négligeables par les côtés. L'isolation entourant le bloc d'anthracite et la couche de sable permet d'éliminer les échanges thermiques. Par conséquent, des conditions de flux nul sont imposées le long de  $\Gamma_1$  et  $\Gamma_3$  :

$$q''_{\Gamma_1} = 0 \quad , \quad (4.1)$$

$$q''_{\Gamma_3} = 0 \quad . \quad (4.2)$$

Les températures sont prescrites sur les frontières  $\Gamma_2$  et  $\Gamma_4$ . La température sur  $\Gamma_2$  est mesurée dans le bloc d'anthracite par le thermocouple TC6. Elle est constante sur toute la frontière. En effet, la conductivité thermique élevée de l'anthracite par rapport à celle du sable, et le refroidissement uniforme sur la partie inférieure du bloc, amortissent les différences de température causées par la variation de forme de l'interface isotherme  $\Gamma_4$ .

$$T_{\Gamma_2} = TC6 \quad . \quad (4.3)$$

La condition de frontière  $\Gamma_4$  est la température de la surface supérieure du sable. Sa valeur est estimée à partir de la température mesurée par le thermocouple situé au centre du bloc de graphite  $TC_{\text{Graphite}}$ . Étant donné que le graphite possède une conductivité thermique élevée, au moins 100 fois celle du sable, la variation de température dans ce bloc est faible.

$$T_{\Gamma_4} = TC_{\text{Graphite}} \quad . \quad (4.4)$$



## 4.4. Description des expériences

Pour la plupart des résultats d'identification, les mesures des thermocouples TC1 – TC2 – TC3 ont été utilisées avec une régularisation d'ordre 1. Le paramètre de régularisation a été ajusté à  $\alpha = 0,0005$ . Trois points de contrôle déterminaient la position de l'interface isotherme le long de l'axe 1 (« x »). À moins d'indications contraires, ces conditions s'appliquent dans ce chapitre.

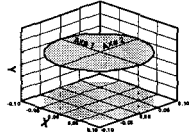
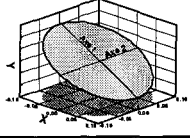
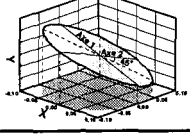
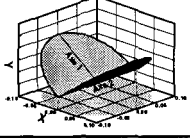
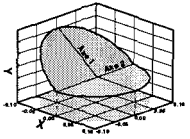
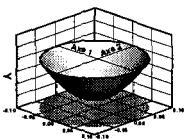
Formes de l'interface isotherme		Description
	Uniforme	A Épaisseur moyenne de sable : 14 mm
		B Épaisseur moyenne de sable : 27 mm
		C Épaisseur moyenne de sable : 38 mm
		D Épaisseur moyenne de sable : 49 mm
	Inclinée 1	A Épaisseurs de sable minimum: 12 mm maximum: 63 mm
		B Épaisseurs de sable minimum: 28 mm maximum: 80 mm
	Inclinée 2	A Épaisseurs de sable minimum: 12 mm maximum: 62 mm
		B Épaisseurs de sable minimum: 27 mm maximum: 81 mm
	En forme de coin	Épaisseurs de sable moyenne Axe 2: 15 mm maximums Axe 1: 56 mm à $x = -0,10$ m 47 mm à $x = 0,10$ m
	Non-uniforme	Épaisseurs de sable maximum: 63 mm moyenne surface uniforme: 27 mm
	Parabolique	Épaisseurs de sable minimum: 13 mm maximums Axe 1: 51 mm à $x = -0,10$ m 46 mm à $x = 0,10$ m

Figure 4.3 : Expériences effectuées en laboratoire.

## 4.5. Résultats d'identification

### 4.5.1. Identification des couches de sable uniformes

Pour les premières courbes identifiées, les épaisseurs suivantes de sable ont été ajustées uniformément sur la surface de l'anthracite : 14 mm (Uniforme A), 27 mm (Uniforme B), 38 mm (Uniforme C) et 49 mm (Uniforme D). Ces expériences ont également été utilisées pour évaluer la conductivité thermique du sable. L'épaisseur exacte du sable a été mesurée après les expérimentations. Les résultats d'identification sont montrés à la figure 4.4.

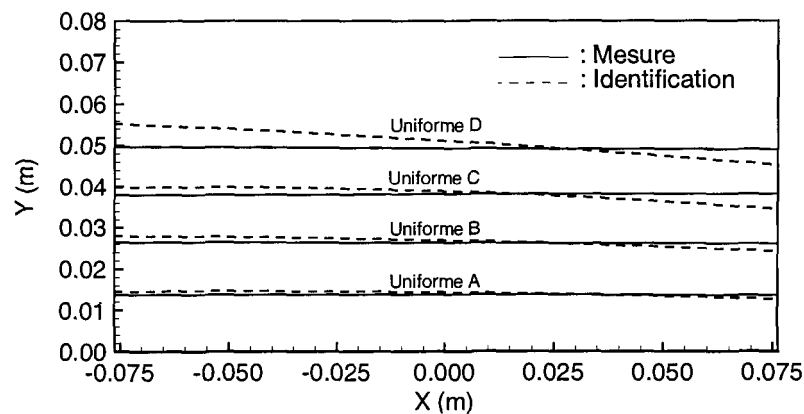


Figure 4.4 : Résultats d'identification de la couche de sable uniforme.

Les couches identifiées correspondent aux épaisseurs mesurées. La méthode est sensible à la variation de l'épaisseur de la couche de sable. En effet, les températures mesurées dans le bloc d'anthracite et le flux de chaleur varient considérablement lorsqu'il y a un changement d'épaisseur de la couche de sable. Par exemple, il y a une différence de plus de  $105^{\circ}\text{C}$  au niveau des thermocouples d'identification, et de plus de  $1\,800\text{ W/m}^2$  en ce qui

concerne le flux, entre les expériences A et B. L'identification des couches uniformes ne nécessiterait pas une méthode aussi complexe que celle développée au chapitre 2. En effet, à partir du flux de chaleur dans le bloc d'anthracite et des températures sur les frontières  $T_2$  et  $T_4$ , l'épaisseur de la couche de sable peut être calculée directement avec la loi de Fourier.

#### **4.5.1.1. Amplification des erreurs de mesure**

Pour ces expériences, les températures mesurées au niveau 2 du bloc d'anthracite devaient être uniformes, le transfert de chaleur à travers la couche de sable et le bloc d'anthracite étant unidimensionnel. Cependant, parce qu'il y a des différences dans l'environnement d'implantation des thermocouples, les températures mesurées ne sont pas uniformes. Lorsque la couche de sable est mince (Uniforme A), ces écarts de température ont peu d'effet sur les résultats d'identification, car ils peuvent être compensés par une faible dénivellation de l'interface isotherme. Par contre, l'obtention de ces mêmes écarts, lorsque la couche de sable est épaisse (Uniforme D), nécessite une plus forte dénivellation de l'interface identifiée. Ainsi, l'erreur d'identification augmente avec l'épaisseur de la couche de sable et ce, même si les différences de température entre les mesures des thermocouples TC1 – TC2 – TC3 tendent à diminuer (tableau 4.1).

Tableau 4.1 : Différences de température.

<i>Uniforme</i>	$\Delta T_{TC1-TC2-TC3} (^\circ\text{C})$
A	3,6
B	2,4
C	2,0
D	2,2

La figure 4.5 montre les résultats d'identification de la couche de sable uniforme lorsque les différences de température au niveau 2 ont été diminuées. Les températures mesurées par le thermocouple TC1 ont été augmentées de  $0,9^\circ\text{C}$ , alors que les valeurs mesurées par TC3 ont été diminuées de  $1,2^\circ\text{C}$ . Les courbes identifiées correspondent aux épaisseurs réelles de sable, confirmant ainsi que les mesures des thermocouples TC1 et TC3 portent une erreur. Notons que ces écarts de température ne sont pas des erreurs aléatoires qui peuvent entraîner des instabilités lors de la solution du problème inverse. Les températures n'ont pas été corrigées dans les sections suivantes.

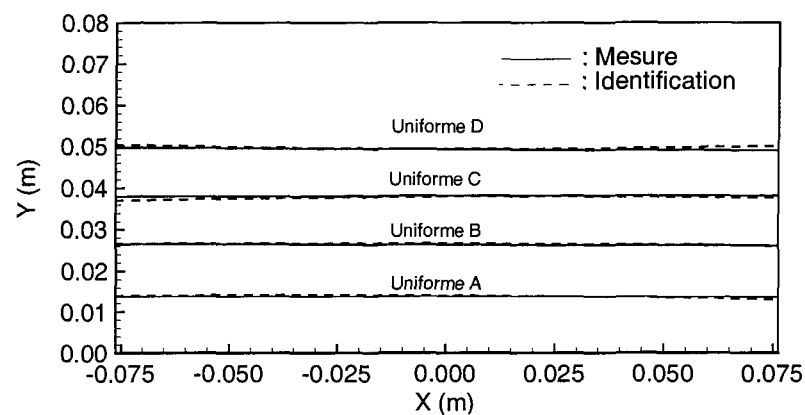


Figure 4.5 : Résultats d'identification de la couche de sable uniforme lorsqu'une correction est appliquée sur les mesures.

#### 4.5.2. Identification des couches de sable inclinées

Le second bloc de graphite avait une pente. L'axe 1 correspondait à la direction de la plus forte pente, alors que l'épaisseur était uniforme le long de l'axe 2 (Inclinée 1). L'épaisseur exacte du sable a été mesurée aux extrémités de l'axe 1. L'épaisseur le long de l'axe 2 n'a pas été mesurée, mais plutôt déduite comme étant la moyenne du minimum et du maximum de l'axe 1. La troisième configuration a été obtenue en tournant le bloc de graphite de  $45^\circ$  (Inclinée 2). Les axes 1 et 2 étaient alors orientés symétriquement par rapport au gradient de la pente. Les expériences avec les couches de sable inclinées ont permis de valider la procédure d'identification. En effet, l'identification inverse 2D d'une interface nécessite une méthode évoluée, telle que la régularisation. Les figures 4.6 et 4.7 présentent les résultats d'identification des couches de sable inclinées 1 et 2.

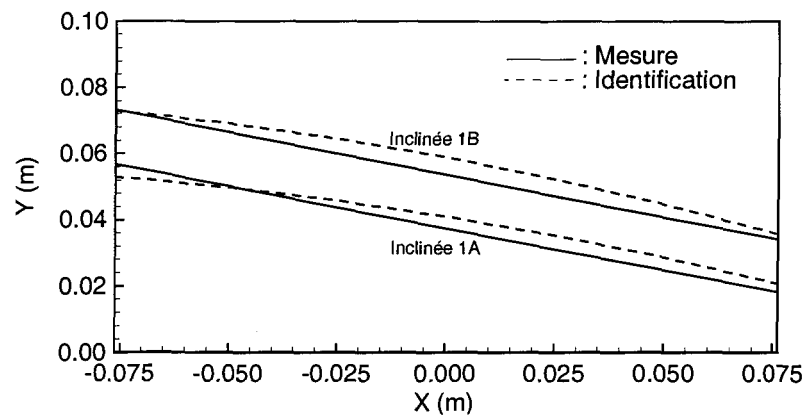


Figure 4.6 : Résultats d'identification de la couche de sable inclinée 1.

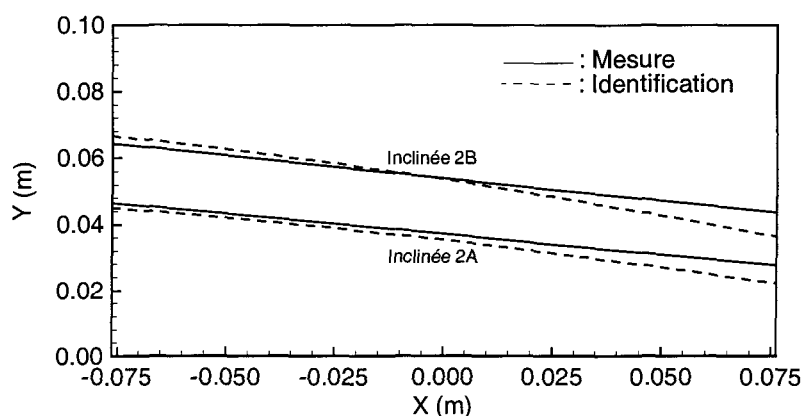


Figure 4.7 : Résultats d'identification de la couche de sable inclinée 2.

Les résultats d'identification sont précis. Le programme avec 3 points de contrôle sur l'interface détermine la forme de la couche de sable. Les plus importantes imprécisions se situent au centre de l'axe 1 pour la couche inclinée 1, alors qu'elles se situent à l'extrémité inférieure pour la couche inclinée 2.

#### 4.5.3. Identification des couches de formes complexes

Les trois dernières configurations ont permis de déterminer les limites de la méthode pour l'identification de formes plus complexes. La couche de sable en forme de coin présentait une forte discontinuité le long de l'axe 1. La forme parabolique possédait une symétrie par rapport au centre. Notons que pour ces deux expériences, l'épaisseur exacte du sable le long des axes 1 et 2 a été mesurée au centre et aux extrémités. En ce qui concerne la couche de sable non-uniforme, la moitié de l'axe 1 était en pente, alors que l'axe 2 était uniforme.

Pour les formes complexes, une variation de l'interface à l'une ou l'autre des extrémités a peu d'influence sur les températures mesurées dans le bloc d'anthracite. Ainsi, la sensibilité est faible aux extrémités, ce qui augmente l'erreur d'identification à ces endroits. Les résultats d'identification présentés aux figures 4.8, 4.9 et 4.10 montrent l'effet de cette faible sensibilité sur les résultats.

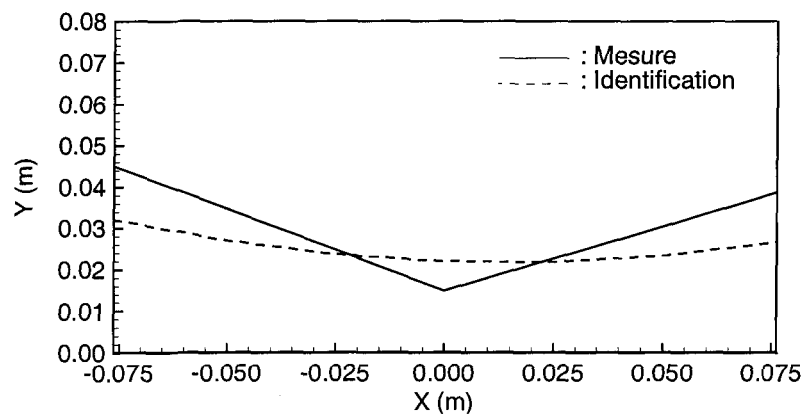


Figure 4.8 : Résultats d'identification de la couche de sable en forme de coin.

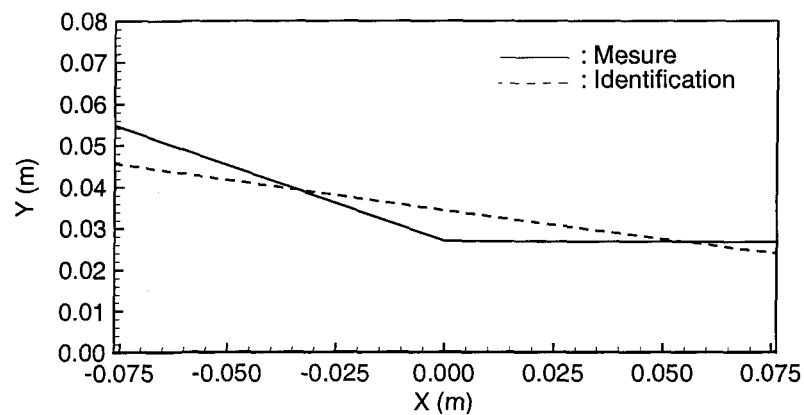


Figure 4.9 : Résultats d'identification de la couche de sable non-uniforme.

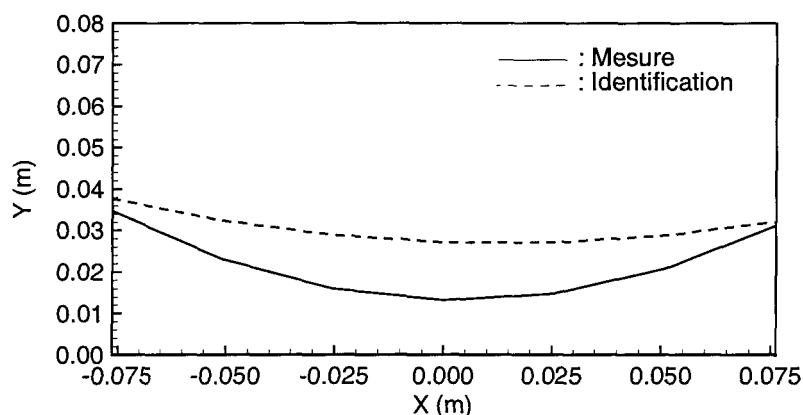


Figure 4.10 : Résultats d'identification de la couche de sable parabolique.

Pour la couche de sable en forme de coin (figure 4.8), la courbe identifiée représente l'épaisseur moyenne de sable. La courbure permet d'établir que la couche de sable est plus épaisse aux extrémités. En ce qui concerne la couche de sable non-uniforme (figure 4.9), l'épaisseur de sable moyenne est également déterminée. Cependant, la courbure identifiée ne correspond pas à la géométrie de l'interface réelle. Le prochain paragraphe montre que l'utilisation d'un autre groupe de thermocouples permet d'augmenter la précision.

Finalement, l'identification de la couche de sable parabolique est imprécise (figure 4.10). Une courbure de l'interface est présente sur la courbe identifiée, mais un décalage l'éloigne de l'interface réelle. Ce décalage provient du fait que le programme d'identification fonctionne en 2D. En effet, lors des calculs, la troisième dimension est supposée constante et infinie; ce qui n'est pas le cas pour la couche de sable formée avec le bloc de graphite parabolique, qui présente une symétrie de rotation par rapport au centre. Si le bloc avait reproduit un environnement 2D, les températures mesurées au niveau 2 du



bloc d'anthracite auraient été plus élevées et l'interface identifiée aurait été plus près de l'épaisseur moyenne mesurée le long de l'axe 1.

#### 4.5.4. Paramètre de régularisation

Le rôle de la fonction de régularisation est d'éliminer les instabilités qui peuvent survenir lors de la solution du problème inverse. Le paramètre de régularisation doit être ajusté en fonction des erreurs aléatoires présentes sur les mesures. Ces erreurs sont faibles étant donné que les mesures sont prises à l'état stationnaire. L'objectif de ce paragraphe est de déterminer l'effet du paramètre de régularisation sur la précision des courbes identifiées. La figure 4.11 montre les résultats de l'identification de la couche de sable inclinée 1A avec le paramètre  $\alpha = 0,0$ .

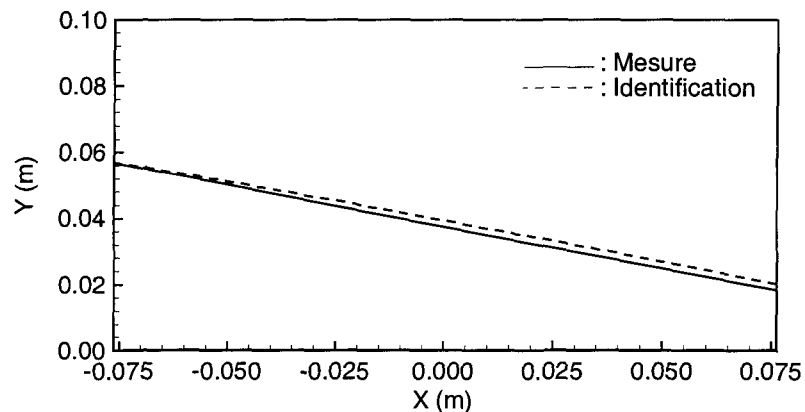


Figure 4.11 : Résultats d'identification de la couche de sable inclinée 1A ( $\alpha = 0,0$ ).

La courbe identifiée correspond presque parfaitement à la position réelle. Ainsi, la correspondance des températures mesurées et calculées est atteinte sans que l'effet

régularisant d'ordre 1 vienne lisser la courbe identifiée. Ainsi, la diminution du paramètre de régularisation permet d'augmenter la précision. La figure 4.12 montre que l'interface identifiée se rapproche de la mesure de la couche de sable en forme de coin, sans toutefois atteindre la précision obtenue pour la couche de sable inclinée 1A.

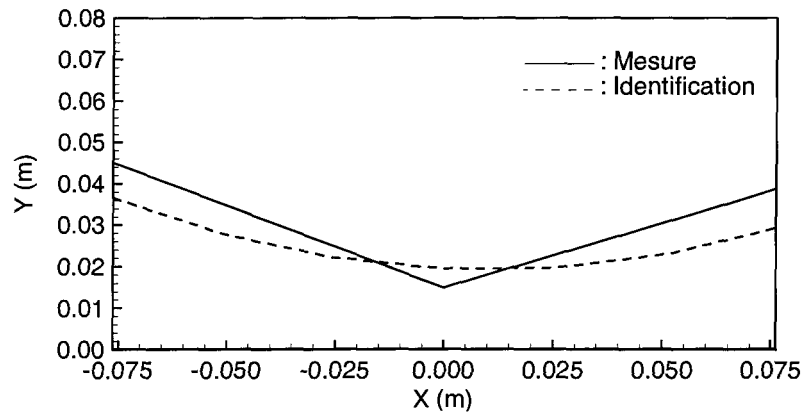


Figure 4.12 : Résultats d'identification de la couche de sable en forme de coin ( $\alpha = 0,0$ ).

Cependant, il serait imprudent de conclure que la régularisation est inutile. En effet, si une correction ( $\pm 0.1^\circ\text{C}$ ) est appliquée sur les mesures des thermocouples, la procédure peut être déstabilisée. Il n'est alors pas possible d'identifier l'interface isotherme (figure 4.13). Ces résultats montrent que même si la précision des identifications peut être augmentée, le paramètre de régularisation ne doit pas être nul, car il existe toujours un risque d'instabilité.

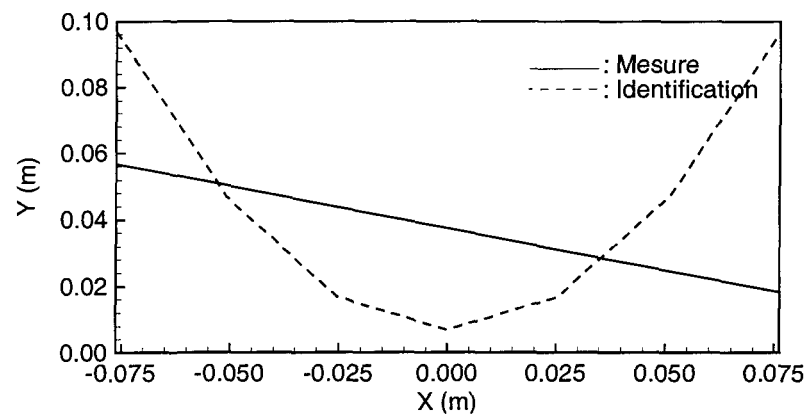


Figure 4.13 : Résultats d'identification de la couche de sable inclinée 1A lorsqu'une correction est appliquée sur les mesures ( $\alpha = 0,0$ ).

#### 4.5.5. Angle de vision

Pour les résultats précédents, la frontière  $\Gamma_4$ , d'une largeur de 15 cm, a été identifiée à partir des mesures des thermocouples TC1- TC2 – TC3, prises dans la partie centrale du bloc d'anthracite, sur une largeur de 10 cm. L'angle de vision est défini à partir de la largeur de l'interface identifiée et de la distance entre les mesures (figure 4.14). Lorsque les thermocouples TC1 - TC2 – TC3 sont utilisés et que l'épaisseur de sable est de 5 cm aux extrémités, l'angle de vision est  $\sim 30^\circ$ . L'objectif de cette section est de déterminer si l'utilisation d'autres groupes de thermocouples améliore ou réduit la précision lors de l'identification des couches de sable.

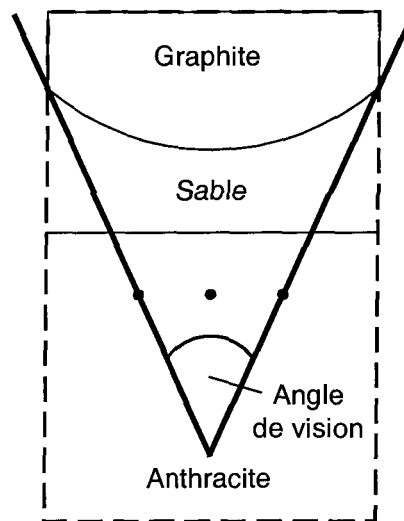


Figure 4.14 : Angle de vision.

#### 4.5.5.1. Diminution de l'angle de vision

Les figures 4.15 et 4.16 montrent les résultats obtenus pour les couches en forme de coin et non-uniforme, lorsque les thermocouples TC7 – TC2 – TC8, positionnés sur une largeur de 15 cm, sont utilisés. Avec ces thermocouples, l'angle de vision tend vers  $\sim 0^\circ$ . Pour la couche de sable en forme de coin, la précision atteinte avec ces mesures est comparable à celle obtenue en posant  $\alpha = 0,0$ , sans les risques d'instabilité. La précision de la courbe identifiée, dans le cas non-uniforme, est également améliorée. En effet, la diminution de l'angle de vision a permis d'établir la courbure de l'interface. La diminution de l'angle de vision a eu comme effet d'augmenter la précision des courbes identifiées.

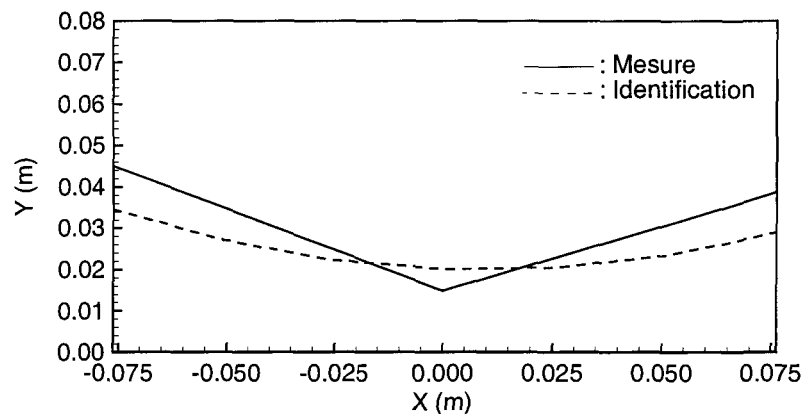


Figure 4.15 : Résultats d'identification de la couche de sable en forme de coin obtenus avec les mesures TC7 – TC2 – TC8 (angle  $\sim 0^\circ$ ).

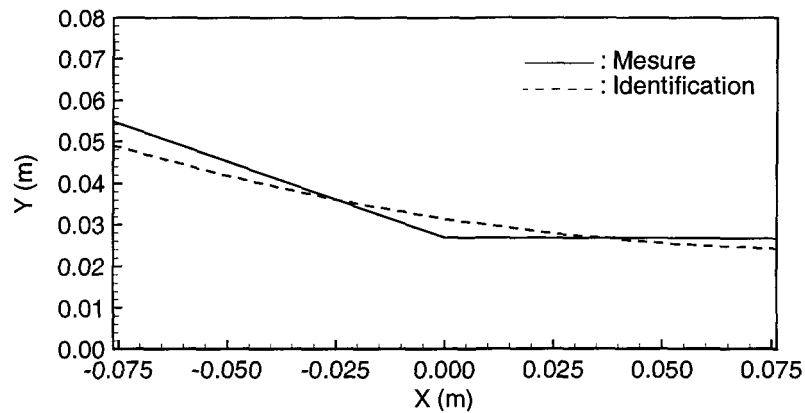


Figure 4.16 : Résultats d'identification de la couche de sable non-uniforme obtenus avec les mesures TC7 – TC2 – TC8 (angle  $\sim 0^\circ$ ).

#### 4.5.5.2. Augmentation de l'angle de vision

L'augmentation de l'angle de vision diminue les capacités d'identification de certaines formes. Les courbes identifiées dans cette section ont été obtenues avec un angle de vision  $\sim 60^\circ$ . Le thermocouple central TC2 a été utilisé et les mesures aux extrémités ont été obtenues en effectuant la moyenne des températures TC1 et TC2, ainsi que TC2 et TC3. Ces mesures « virtuelles » sont situées à mi-chemin entre les positions des thermocouples. Ainsi, les mesures sont données par  $(TC1+TC2)/2$  – TC2 –  $(TC2+TC3)/2$ , séparées d'une distance totale de 5 cm.

La précision de l'identification des couches uniformes n'est pas affectée par l'angle de vision, le transfert de chaleur étant unidimensionnel. Pour les couches inclinées, les thermocouples TC1 – TC2 – TC3 étaient en mesure d'identifier correctement les courbes. La diminution de l'angle de vision, bien que bénéfique, n'était pas nécessaire pour

améliorer les résultats. L'effet d'une augmentation de l'angle de vision a été déterminé pour la couche inclinée 1A et la couche de sable en forme de coin. Les figures 4.17 et 4.18 montrent les résultats d'identification de ces couches lorsque l'angle de vision est  $\sim 60^\circ$ .

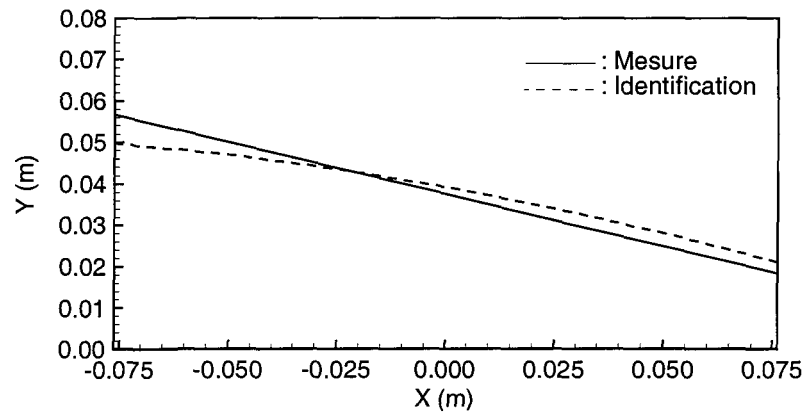


Figure 4.17 : Résultats d'identification de la couche de sable inclinée 1A obtenus avec les mesures  $(TC1+TC2)/2 - TC2 - (TC2+TC3)/2$  (angle  $\sim 60^\circ$ ).

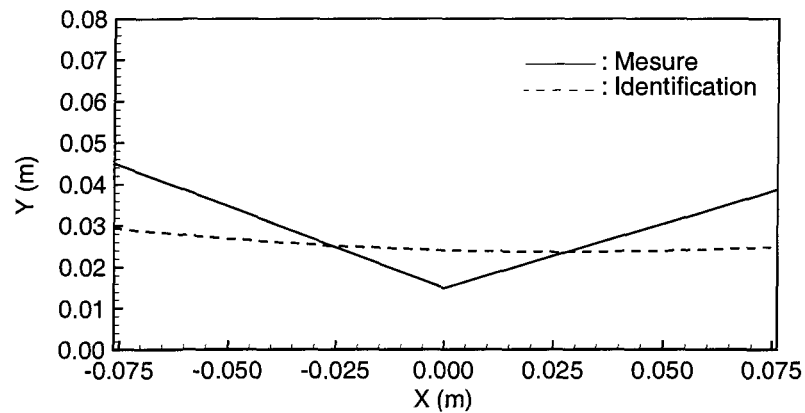


Figure 4.18 : Résultats d'identification de la couche de sable en forme de coin obtenus avec les mesures  $(TC1+TC2)/2 - TC2 - (TC2+TC3)/2$  (angle  $\sim 60^\circ$ ).

L'identification de la couche inclinée, avec un angle de vision de  $\sim 60^\circ$ , est précise. La procédure ne peut identifier l'extrémité supérieure, là où la sensibilité est faible. Cependant, le programme détermine la forme sur la majeure partie de l'interface. Pour la couche en forme de coin, l'augmentation de l'angle de vision annihile les possibilités d'identification de la forme, seule l'épaisseur moyenne peut être évaluée.

#### **4.5.6. Nombre de mesures**

Le nombre de points de contrôle sur l'interface détermine les degrés de liberté de la procédure d'identification. Ainsi, pour que soit possible la solution des équations, le nombre de mesures doit être égal au nombre de degrés de liberté. Les résultats de la section précédente ont été obtenus avec 3 points de contrôle sur l'interface, et 3 mesures de température prises au niveau 2 dans le bloc d'anthracite. Des expériences ont été menées pour déterminer l'effet du nombre de mesures sur la précision des courbes. L'identification des interfaces a été effectuée avec 7 mesures et 7 points de contrôle. Avec 7 points de contrôle, la position de l'interface est définie sur l'ensemble de la frontière. Les mesures des thermocouples sur l'axe 1, TC7 – TC1 – TC2 – TC3 – TC8, ont été utilisées. Les 2 dernières mesures furent obtenues en effectuant la moyenne des températures TC1 et TC2, ainsi que TC2 et TC3. Ces points de mesure virtuelle sont situés à mi-chemin entre les positions des thermocouples. La figure 4.19 montre les résultats d'identification de la couche de sable inclinée 1B.



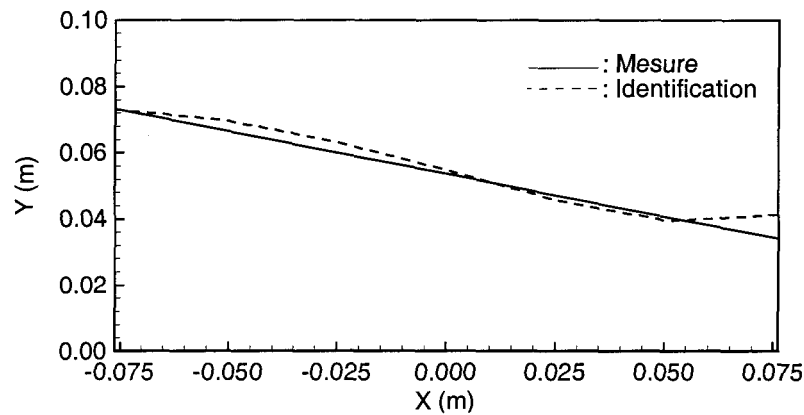


Figure 4.19 : Résultats d'identification de la couche de sable inclinée 1B obtenus avec 7 mesures ( $\alpha = 0,001$ ).

L'interface identifiée à partir de 7 mesures est précise. Le paramètre de régularisation a été augmenté à  $\alpha = 0,001$ , car un plus grand nombre de degrés de liberté crée des instabilités. Le paramètre de régularisation ne peut pas être mis à zéro pour l'identification de ces courbes. Même avec un paramètre augmenté à  $\alpha = 0,001$ , des oscillations sont présentes sur la courbe identifiée. Le résultat d'identification montre une oscillation qui n'a pas été atténuée par la régularisation.

Un plus grand nombre de points de contrôle sur l'interface permet d'établir des formes complexes. Ainsi, il était important de déterminer si la sensibilité des 7 mesures prises dans le bloc d'anthracite était suffisamment grande pour améliorer la précision de l'identification des couches de sable en forme de coin, non-uniforme et parabolique. Les résultats d'identification montrent que, pour la couche de sable en forme de coin et la couche de sable parabolique, la précision de l'identification de ces formes n'est pas augmentée, car les coefficients de sensibilité calculés aux extrémités sont faibles. Par contre, pour la couche de

sable non-uniforme (figure 4.20), les différences de température au niveau 2 du bloc d'anthracite sont suffisamment importantes pour que la courbure de l'interface réelle soit retrouvée et que l'erreur d'identification soit diminuée.

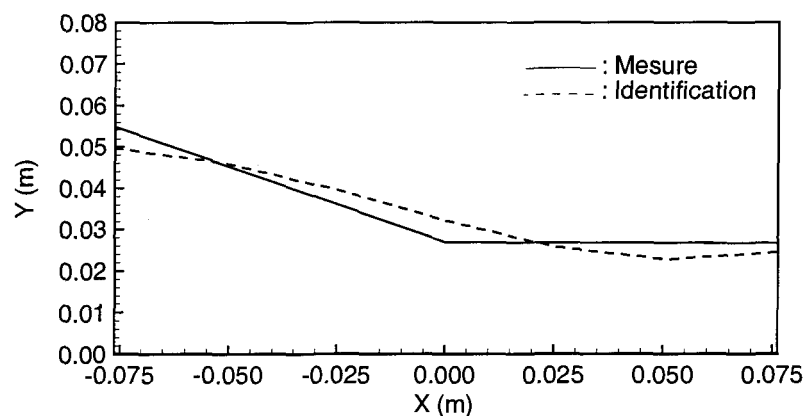


Figure 4.20 : Résultats d'identification de la couche de sable non-uniforme obtenus avec 7 mesures ( $\alpha = 0,001$ ).

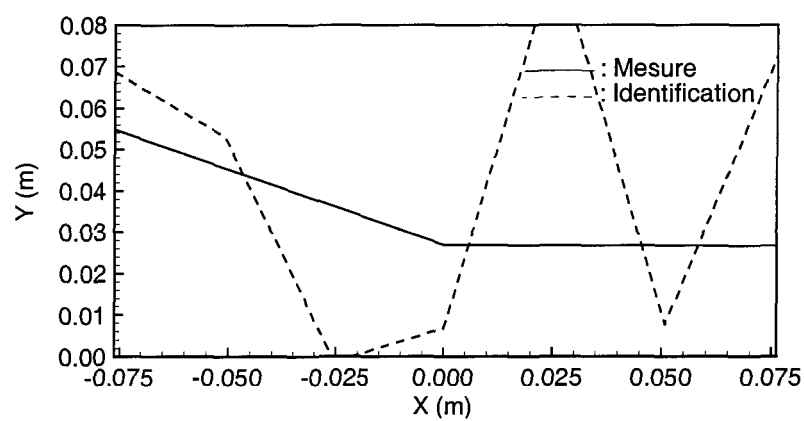


Figure 4.21 : Résultats d'identification de la couche de sable non-uniforme obtenus avec 7 mesures ( $\alpha = 0,0$ ).

Finalement, la figure 4.21 montre les instabilités qui se produisent lorsque le paramètre de régularisation est mis à zéro. Ainsi, la régularisation ne peut être évitée, car l'augmentation du nombre de degrés de liberté dans le système déstabilise la procédure d'identification. La différence principale entre la configuration de 7 mesures (avec 7 points de contrôle sur l'interface) et celle de 3 mesures (avec 3 points de contrôle sur l'interface), se trouve au niveau du calcul des coefficients de sensibilité. L'utilisation de 3 points de contrôle sur l'interface permet d'élargir la zone d'influence de chacun des points et d'augmenter la valeur des coefficients de sensibilité (figure 4.2).

## 4.6. Conditions de frontière et conductivités thermiques

Lors de l'identification des courbes dans les sections précédentes, les conditions de frontière et les conductivités thermiques des matériaux ont été ajustées aux valeurs réelles, représentant les conditions dans le dispositif expérimental. Ainsi, les courbes identifiées avec ces paramètres « originaux » sont les plus précises. Les températures aux frontières  $T_2$  et  $T_4$  ont été mesurées par le thermocouple TC6, et par le thermocouple dans le bloc de graphite. L'isolation, entourant le bloc d'anthracite et la couche de sable, a empêché les échanges thermiques latéraux. La conductivité thermique du sable a été calculée à partir des expériences uniformes et celle de l'anthracite provient de mesures industrielles.

L'objectif de cette section est de déterminer l'influence de ces paramètres sur la précision de l'identification des courbes. Dans le programme d'identification, la température de l'interface isotherme, ainsi que les conductivités thermiques des matériaux ont été changées. Ainsi, pour les résultats d'identification présentés dans cette section, les valeurs prescrites dans le programme étaient différentes des valeurs originales, représentant les conditions réelles du dispositif expérimental.

Si le capteur était implanté dans la paroi de la cuve d'électrolyse, les conductivités réelles changeraient, alors que les valeurs prescrites dans le programme demeureraient constantes (à moins que le capteur soit étalonné de nouveau). En effet, les matériaux dans la cuve d'électrolyse vieilliraient et la composition du bain varierait. Cela aurait pour effet de changer la température de changement de phase de la gelée et les conductivités

thermiques des matériaux. La transposition des résultats de cette section à la situation réelle se fait directement. Par exemple, une augmentation, dans le programme d'identification, de 20 % de la conductivité thermique du sable aura le même effet sur le résultat d'identification qu'une diminution de 20 % de la conductivité thermique réelle.

Les expériences uniforme B, inclinée 1B et en forme de coin ont été utilisées pour cette analyse. Les résultats des trois expériences sont utilisés pour l'étude quantitative de l'influence des paramètres sur la précision des identifications. Cependant, étant donné que les résultats obtenus sont semblables pour les trois profils, une seule expérience présente les courbes identifiées pour chacun des paramètres étudiés. Les courbes de l'expérience uniforme B sont montrées pour la température d'interface, les courbes de l'expérience inclinée sont utilisées pour la conductivité thermique du sable et celles de l'expérience en forme de coin présentent l'influence de la conductivité thermique de l'anthracite.

#### **4.6.1. Température de l'interface isotherme**

Le thermocouple à l'intérieur du bloc de graphite a été utilisé pour déterminer la température de la surface supérieure de la couche de sable. Ainsi, pour les expériences en laboratoire, la température de l'interface isotherme  $T_4$  était connue. Dans l'optique d'une application industrielle dans la paroi de la cuve d'électrolyse, il est primordial de déterminer l'effet de ce paramètre sur la précision des courbes identifiées. En effet, la température de changement de phase de la gelée (représentant l'interface isotherme) dépend fortement de la composition du bain, qui change lors de l'opération de la cuve

d'électrolyse. La figure 4.22 montre les résultats d'identification de la couche uniforme B lorsqu'une variation de  $\pm 2^\circ\text{C}$  et  $\pm 5^\circ\text{C}$  est appliquée à la température de la frontière  $\Gamma_4$ , prescrite dans le programme d'identification.

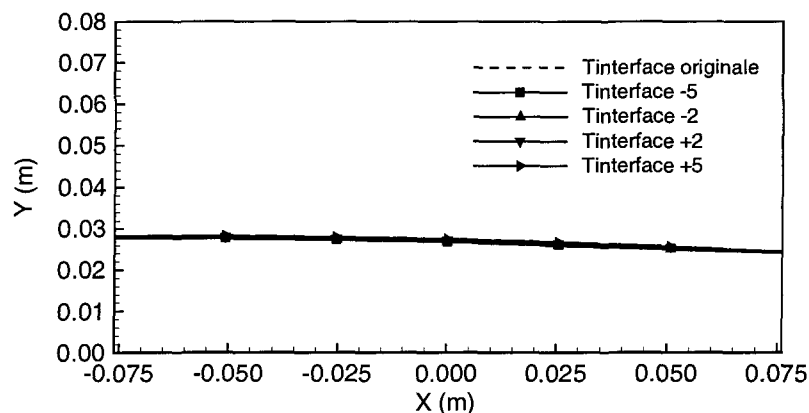


Figure 4.22 : Résultats d'identification de la couche de sable uniforme B obtenus avec différentes températures d'interface.

Les différences sont faibles entre les courbes identifiées et la courbe originale. Les résultats sont similaires pour la couche de sable inclinée et la couche en forme de coin. La figure 4.23 montre la variation relative de la position de l'interface identifiée en fonction de la variation de la température d'interface. Une régression linéaire a été appliquée pour déterminer la pente de chacune des courbes. Cette pente représente le taux de variation  $mT$  de la position identifiée pour un changement de la température d'interface. Ainsi, ce taux est de  $0,23 \text{ } \%.^{\circ}\text{C}^{-1}$  pour la couche uniforme, de  $0,32 \text{ } \%.^{\circ}\text{C}^{-1}$  pour la couche inclinée et de  $0,34 \text{ } \%.^{\circ}\text{C}^{-1}$  pour la couche en forme de coin. Ainsi, une différence de  $15^\circ\text{C}$ , entre la température prescrite dans le programme et la température réelle de l'interface isotherme

occasionne une erreur de 5 % sur la courbe identifiée. Par conséquent, la procédure d'identification est peu sensible aux variations de la température de l'interface isotherme.

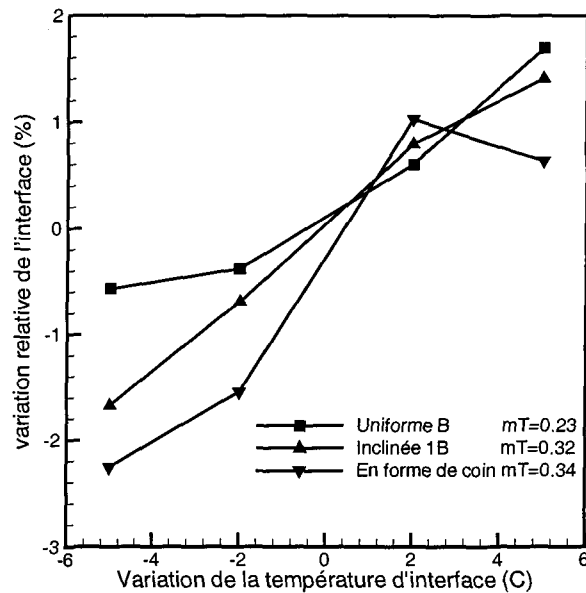


Figure 4.23 : Variation relative de la position de l'interface identifiée en fonction de la variation de la température d'interface.

#### 4.6.2. Conductivité thermique du sable

La conductivité thermique du sable, utilisée dans le programme d'identification, a été calculée à partir des expériences uniformes. La valeur de cette conductivité fut changée de  $\pm 5\%$  et  $\pm 20\%$ , par rapport à la conductivité originale. Les résultats d'identification de la couche inclinée 1B sont présentés à la figure 4.24. Pour une application dans la paroi de la cuve d'électrolyse, il est important de connaître l'influence de la conductivité thermique du matériau 2 sur la précision des courbes identifiées, les propriétés de ce matériau étant en changement continu lors de l'opération de la cuve d'électrolyse.

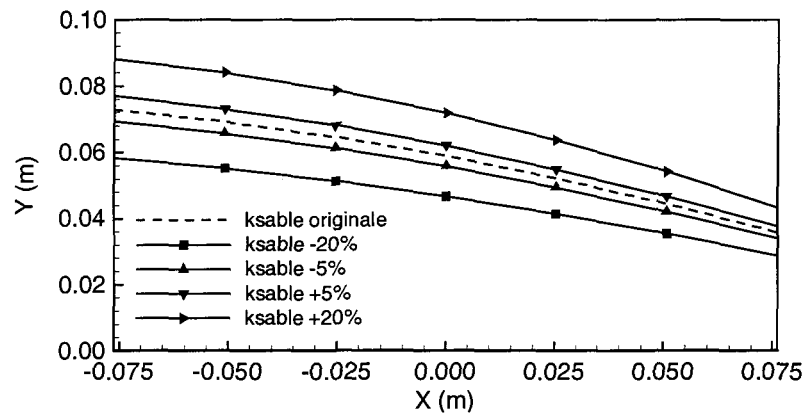


Figure 4.24 : Résultats d'identification de la couche de sable inclinée 1B obtenus avec différentes conductivités thermiques du sable.

La figure 4.25 montre la variation relative de la position de l'interface identifiée en fonction de la variation de la conductivité thermique du sable. Comme précédemment, une régression linéaire a été appliquée pour déterminer la pente de chacune des courbes. Ces pentes représentent le taux de variation  $mS$  de la position identifiée, pour un changement de conductivité. Des taux de 1,00, 1,06 et 0,99 sont établis pour la couche uniforme, la couche inclinée et la couche en forme de coin respectivement. Ces résultats montrent qu'une variation de la conductivité thermique du sable provoque une variation directement proportionnelle sur la position identifiée de la couche de sable et ce, peu importe la forme de l'interface isotherme. Ces résultats signifient que la conductivité thermique du sable est un paramètre qui influence de manière importante les résultats d'identification. Ainsi, une différence de 20 % entre la conductivité thermique fixée dans le programme et la conductivité réelle mène à une erreur de 20 % sur la position identifiée.



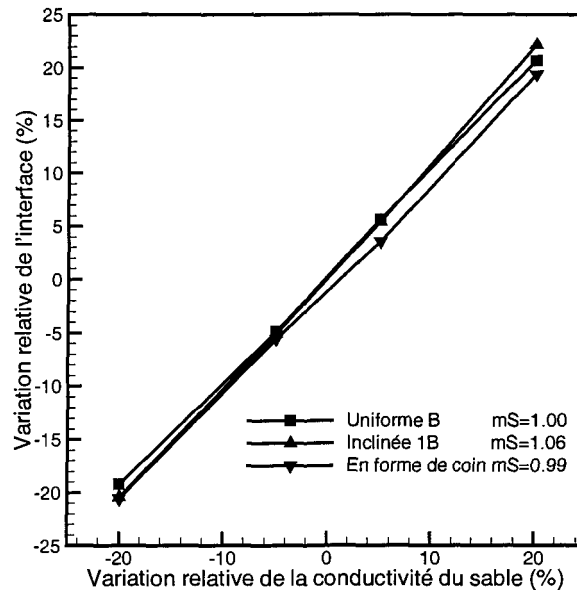


Figure 4.25 : Variation relative de la position de l'interface identifiée en fonction de la variation de la conductivité thermique du sable.

### 4.6.3. Conductivité thermique de l'anthracite

Le bloc d'anthracite représente la paroi de la cuve d'électrolyse, dans laquelle le capteur est implanté. L'influence de la conductivité thermique de l'anthracite sur les courbes identifiées est différente de celle du sable. En effet, lors de la solution du problème inverse, les mesures de température prises dans le bloc et la conductivité thermique de l'anthracite fixent le flux total traversant les matériaux 1 et 2. Lorsque la conductivité thermique de l'anthracite est changée dans le programme, le flux calculé est affecté proportionnellement. Il s'agit de l'opposé de la situation précédente dans laquelle le flux calculé n'était pas influencé par la variation de la conductivité thermique du sable. Dans ce cas, l'épaisseur identifiée variait en fonction de la conductivité thermique pour conserver la résistance

thermique du sable. La figure 4.26 montre les résultats d'identification de couche de sable en forme de coin. La valeur de la conductivité thermique de l'anthracite a été changée de  $\pm 5\%$  et  $\pm 20\%$ , par rapport à la conductivité originale.

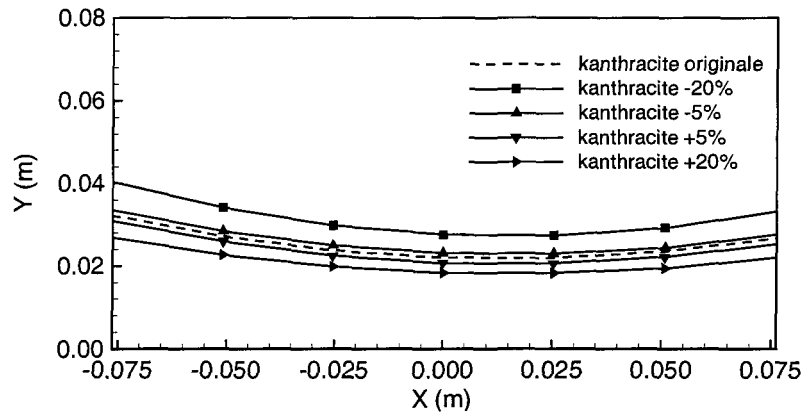


Figure 4.26 : Résultats d'identification de la couche de sable en forme de coin obtenus avec différentes conductivités thermiques de l'anthracite.

La figure 4.27 montre la variation relative de la position de l'interface identifiée, en fonction de la variation de la conductivité thermique de l'anthracite. Une régression linéaire des courbes a permis d'établir des taux de variation  $mA$  de la position de l'interface : 1,03 pour la couche uniforme, 1,15 pour la couche inclinée et 1,04 pour la couche en forme de coin. Les résultats sont similaires pour les 3 formes analysées. Deux points peuvent être soulevés par l'observation de ces résultats. Premièrement, une diminution de la conductivité thermique de l'anthracite augmente l'épaisseur identifiée de sable, et vice-versa. Deuxièmement, lorsqu'une variation négative de la conductivité est appliquée, l'écart avec la courbe originale n'est pas le même que pour une variation positive. Ces différences proviennent du fait que le flux calculé dans le programme d'identification est

influencé par la variation de la conductivité thermique de l'anthracite. Étant donné que pour ces identifications la conductivité thermique du sable ne change pas, la variation de l'épaisseur de sable est inversement proportionnelle. Ainsi, les résultats d'identification sont sensibles aux variations de la conductivité thermique de l'anthracite.

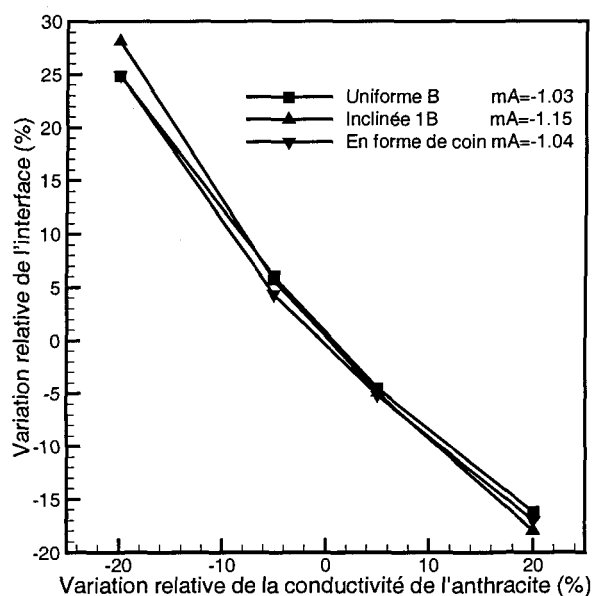


Figure 4.27 : Variation relative de la position de l'interface identifiée en fonction de la variation de la conductivité thermique de l'anthracite.

Dans le cas d'une application du capteur dans la paroi de la cuve d'électrolyse, la conductivité thermique de la paroi pourrait changer avec le temps. Si cette conductivité thermique diminue, la conductivité prescrite dans le programme, qui demeure constante, sera plus élevée que la valeur réelle. Cette situation correspond au cas où la conductivité thermique du programme est augmentée. Ainsi, parce que la relation est inversement proportionnelle, la variation de l'interface identifiée sera moindre que la variation de la

conductivité. Par exemple, une différence de +20 %, entre la conductivité dans le programme et la conductivité réelle, provoque un changement de -17 % de l'interface identifiée. Une différence de +50 % aurait comme effet de changer la position identifiée de -33 %. À l'opposé, une différence de -50 % aurait comme effet de changer la position identifiée de +100 %.

## 4.7. Conclusions

Les expériences en laboratoire ont permis de valider la procédure d'identification à partir de mesures réelles. L'épaisseur moyenne du sable fut identifiée pour l'ensemble des expériences. En ce qui concerne la forme des interfaces, les couches inclinées ont pu être identifiées correctement, alors que les courbes de formes complexes (en forme de coin, non-uniforme et parabolique) étaient imprécises.

La précision des courbes identifiées a été augmentée en réduisant la régularisation. Cependant, il a été montré qu'avec un paramètre de régularisation nul, des instabilités peuvent survenir. Lorsque cela se produit, l'interface isotherme ne peut être identifiée.

L'angle de vision des thermocouples d'identification est un paramètre qui influence la capacité d'identification. Un angle de vision de  $0^\circ$  permet d'augmenter la précision des courbes identifiées, en particulier lorsque l'interface a une forme complexe. Dans ce cas, la largeur de la zone de mesures est la même que celle de l'interface. Cette configuration est optimale pour l'identification des courbes. L'identification des couches uniformes et inclinées se trouve peu affectée par une augmentation de l'angle de vision, alors que l'identification des courbes de formes complexes est compromise.

L'augmentation du nombre de mesures d'identification permet d'accroître la précision des courbes identifiées. Cependant, l'augmentation de la précision prend son origine dans la diminution de l'angle de vision, et non de l'augmentation proprement dite du nombre de

mesures. En effet, les courbes identifiées ne sont pas plus précises que celles obtenues avec 3 mesures (angle de vision de  $0^\circ$ ). Un nombre élevé de mesures provoque plus d'instabilités dans les équations, donc le paramètre de régularisation doit être augmenté.

Finalement, la précision de l'identification de l'interface isotherme  $T_4$  dépend du respect des conditions de frontière et des conductivités thermiques prescrites dans le programme d'identification. La sensibilité de la méthode par rapport à la température d'interface est faible. Une erreur de  $15^\circ\text{C}$  dans l'évaluation de cette température n'empêche pas la procédure d'identification d'être précise. L'erreur d'identification de la position de l'interface est directement proportionnelle à la différence entre la conductivité thermique réelle du sable et la valeur prescrite dans le programme. En ce qui concerne la conductivité thermique de l'anthracite, cette erreur est inversement proportionnelle.

## 5.

# Protection des thermocouples

### 5.1. Introduction

L'objectif de ce chapitre est de déterminer des matériaux pour les gaines de protection des thermocouples qui forment le capteur. Ce dernier doit être implanté dans la paroi de la cuve d'électrolyse. Étant donné les conditions d'implantation, ainsi que la précision recherchée, l'utilisation de thermocouples MIMS (« mineral-insulated integrally metal-sheated ») est la plus appropriée. C'est dans cette optique que les recherches ont été effectuées. Ce type de protection comporte plusieurs avantages. En effet, les fils du thermocouple sont isolés chimiquement de l'environnement extérieur, il y a une protection contre les sources d'interférence électrique et les fils sont protégés contre les chocs mécaniques. Le chapitre débute par une description générale des différents alliages susceptibles de résister dans la paroi de la cuve d'électrolyse. La section suivante est consacrée aux alliages commerciaux. Finalement, des recommandations sont formulées. Des matériaux déjà utilisés pour les gaines de protection dans divers milieux comprennent les types 304, 310, 316, 321, 347 et 440 d'acier inoxydable, les alliages Inconel® et Hastelloy®, le cuivre; l'aluminium, le tantale, etc.

### 5.1.1. Hautes températures et corrosion

Les thermocouples devront être implantés dans la paroi de la cuve d'électrolyse. Il s'agit d'un milieu corrosif à hautes températures. C'est donc en fonction de cet aspect d'implantation que les matériaux ont été choisis.

Les températures élevées sont généralement néfastes pour les thermocouples gainés. En effet, des impuretés et des éléments chimiques peuvent diffuser dans les métaux des thermocouples et faire dévier les lectures de température des standards d'étalonnage. La contamination peut être diminuée considérablement avec l'utilisation d'une gaine de protection appropriée. La corrosion est un procédé électrochimique qui provoque la dégradation du métal ou de l'alliage. Il s'agit d'une réaction couplée entre des milieux différents; l'un agissant comme anode, l'autre comme cathode. La corrosion se manifeste de plusieurs manières. Elle peut être causée par des attaques atmosphériques et par l'oxydation en hautes températures. La corrosion en hautes températures est souvent caractérisée par des attaques localisées, pouvant créer un nombre indéterminé de trous de profondeur et de largeur variables. Ces derniers peuvent même perforer la gaine. De plus, il peut y avoir une attaque sélective des éléments d'un alliage par l'environnement corrosif. La gaine de protection doit être choisie pour sa résistance contre les attaques de son milieu d'implantation.



## **5.2. Métaux et types d'alliage [ASM 1990]**

La première partie de ce chapitre consiste en une étude des différents métaux et alliages utilisés pour la fabrication des gaines de protection. Cette liste n'est pas exhaustive. La plupart des métaux et alliages ont été choisis en fonction de leur résistance dans un environnement corrosif à hautes températures. De plus, des alliages déjà utilisés pour la protection de thermocouples sont décrits. Le choix d'un alliage ou d'un métal de protection est crucial. Ce dernier doit être choisi de manière à tenir compte de l'application, ainsi que des coûts de fabrication. Certaines technologies des matériaux sont répandues et accessibles, alors que d'autres sont en développement.

### **5.2.1. Nickel et alliages de nickel**

Les alliages à base de nickel sont généralement des matériaux résistants à la corrosion dans une vaste gamme de températures. Ces alliages sont connus pour résister à des conditions d'opération variées, dans des milieux liquides ou gazeux et dans des conditions de tension importante. Le nickel pur possède une bonne résistance à la corrosion dans des milieux réducteurs. De plus, il peut être utilisé en des milieux oxydants, qui agissent en formant une couche d'oxyde résistante à la corrosion. Le nickel est également résistant à l'infiltration d'ions. La présence d'ions étrangers dans un métal peut provoquer des fissurations. Finalement, le nickel peut être endommagé par des composés contenant du soufre, lorsque la température est supérieure à 350°C.

Étant donné que la structure cristalline du nickel est ductile, ce métal forme une excellente base pour une grande variété d'alliages forts et résistants à la corrosion. La plupart des alliages commerciaux résistants à la corrosion, dans des applications en hautes températures, sont des superalliages à base de nickel. Les principaux éléments utilisés dans les alliages de nickel sont le cuivre et le chrome (pour les superalliages tels que Hastelloy® ou Inconel®). D'autres éléments sont également utilisés pour augmenter la résistance du nickel, par exemple l'aluminium, le molybdène et le tungstène. Les superalliages peuvent contenir jusqu'à une douzaine d'éléments. Le rôle de quelques-uns de ces éléments est décrit dans les prochains paragraphes.

L'addition de chrome améliore la résistance du nickel aux acides oxydants, tels que les acides nitriques et chromiques. Le chrome améliore également la résistance à l'oxydation à hautes températures dans les alliages, pourvu que sa concentration dépasse 5 wt.-%. Une concentration de plus de 20 % est nécessaire pour une protection maximale contre l'oxydation. En pratique, la plupart des alliages résistants à la corrosion/oxydation, utilisant le chrome comme agent principal de protection contre le milieu, ont une concentration entre 15 % et 30 % de chrome. Certains superalliages utilisent des niveaux aussi bas que 8 wt.-%, mais dans ces cas d'autres éléments sont utilisés comme agents protecteurs. En effet, la résistance exceptionnelle à hautes températures des superalliages à base de nickel peut être augmentée en diminuant un peu le niveau de chrome au profit d'autres éléments. L'aluminium est ajouté dans les alliages de nickel (nickel - chrome) pour augmenter la résistance à l'oxydation et la robustesse à hautes températures, principalement au-dessus de

870°C. Par contre, dans le cas d'opérations sous 870°C, le chrome demeure l'élément qui offre une résistance supérieure contre l'oxydation. Ainsi, la température du milieu corrosif et la concentration déjà présente de chrome peuvent faire en sorte que, dans certains cas, l'ajout d'aluminium est néfaste.

Le molybdène améliore la résistance du nickel contre les acides non-oxydants. De plus, cet élément diminue les risques de fissuration causés par le stress thermique et protège contre la corrosion localisée dans des milieux possédant des ions de chlore. Par contre, pour les utilisations à hautes températures, une concentration trop élevée de molybdène peut diminuer la résistance à la corrosion. Ainsi, la concentration de molybdène dans les alliages de nickel dépasse rarement les 9 %. Le tungstène agit sensiblement comme le molybdène, étant donné qu'il diminue la résistance à la corrosion à hautes températures, mais augmente la protection contre les acides non-oxydants et la corrosion localisée. Le tungstène n'est normalement pas utilisé, à moins d'une nécessité absolue de protection contre la corrosion localisée, puisqu'il augmente considérablement la densité et le coût des alliages. Des concentrations de 3 % à 4 % de cet élément avec 13 % à 16 % de molybdène résultent en des alliages exceptionnellement résistants à la corrosion localisée. Le silicium est utilisé en très faible quantité comme élément résiduel. Dans certains cas, il est ajouté intentionnellement pour augmenter la résistance à l'oxydation à hautes températures. Cet élément favoriserait la rétention des oxydes formés par le chrome et l'aluminium. Le fer n'est pas ajouté au nickel pour améliorer la résistance à la corrosion, mais plutôt pour faire diminuer le coût des alliages.

Le cuivre a longtemps été l'élément principal des alliages de nickel. Cela s'explique par le fait que les deux éléments sont solubles l'un avec l'autre. Chacun possède une bonne ductilité, une bonne résistance à la corrosion, ainsi que des possibilités de renforcement avec d'autres éléments. L'addition de cuivre augmente la résistance du nickel aux acides non-oxydants. Les alliages Monel® ont des compositions de 70 wt.-% de nickel et 30 wt.-% de cuivre. Ils sont recommandés pour des milieux réducteurs plutôt qu'oxydants. Ces alliages ne sont donc pas appropriés pour une implantation dans la paroi de la cuve.

### **5.2.2. Fer et acier**

Le comportement du fer par rapport à la corrosion n'est pas comme celui de plusieurs autres métaux. En effet, le fer pur a une résistance à la corrosion relativement plus élevée que beaucoup de ses alliages. Par contre, le fer pur a peu ou presque pas de résistance contre l'attaque d'éléments chimiques agressifs tel que les acides forts. Le fer et les alliages de fer ne présentent pas d'intérêt, étant donné que d'autres alliages sont supérieurs pour l'application dans la paroi de la cuve d'électrolyse.

Les aciers inoxydables sont utilisés dans plusieurs cas pour la protection de thermocouples. L'acier inoxydable est un alliage à base de fer contenant au moins 12 % de chrome. Une protection maximale contre la corrosion est atteinte avec une concentration de chrome élevée, autour de 30 %. La résistance à la corrosion de l'acier inoxydable n'est pas uniquement fonction de la composition, mais également du procédé thermique, de la condition des surfaces et de la procédure de fabrication. Tous ces facteurs peuvent

influencer les échanges thermodynamiques à la surface et ainsi changer dramatiquement la résistance à la corrosion. Lorsque le niveau de chrome devient élevé, il peut y avoir des problèmes de fabrication à cause d'instabilités dans l'alliage. Il est souvent nécessaire d'augmenter la résistance à la corrosion par d'autres éléments comme le nickel et le manganèse.

### **5.2.3. Alliages de cobalt**

Le comportement des alliages et superalliages de cobalt contre la corrosion n'est pas aussi bien connu que pour les alliages de nickel. En général, ils ont le même comportement, mais les alliages à base de cobalt possèdent, dans plusieurs cas, une plus faible résistance à la corrosion. Le cobalt seul ne peut pas être classé comme étant un élément résistant à l'oxydation, même si ses alliages le sont. Les principaux éléments ajoutés au cobalt sont le chrome et le nickel. De plus, le molybdène et le tungstène sont souvent additionnés pour une plus grande robustesse. D'autres éléments peuvent être ajoutés comme le lanthane, le titane, l'aluminium et le niobium. Les superalliages de cobalt, fabriqués dans le but de résister à la corrosion, contiennent habituellement entre 20 % et 30 % de chrome, moins de 0,7 % de carbone et des quantités variables de nickel, de molybdène et de tungstène. La concentration élevée de chrome est la principale contribution à la résistance à la corrosion de ces matériaux.

#### **5.2.4. Titane et alliages de titane**

Même si le titane et les alliages de titane sont très réactifs sous certaines conditions, ils résistent remarquablement bien à la corrosion. Cela vient du fait qu'une couche d'oxyde se forme et isole le matériau de l'environnement extérieur. Ainsi, le titane et les alliages de titane sont résistants à la corrosion à basses températures. Dans une vaste gamme d'applications, ils résistent mieux que l'acier inoxydable et les alliages de cuivre. Le titane seul est très résistant à la corrosion associée aux milieux naturels. Par contre, les alliages de titane ne sont pas suffisamment forts pour être utilisés au-dessus de 500°C.

#### **5.2.5. Tantale, platine**

Le tantale est un métal versatile résistant à la corrosion. Il est inerte comme le verre, ainsi que fort et ductile comme les aciers faibles en carbone. Encore une fois, la résistance du tantale à la corrosion vient de la formation d'une mince couche d'oxyde à la surface du métal. Le platine est un métal résistant très bien à de hautes températures et à la corrosion due aux acides, aux alcalins, aux sels communs et aux molécules organiques. La résistance à la corrosion des alliages rhodium-platine est excellente. De plus, elle tend à augmenter avec une concentration plus élevée en rhodium.

## **5.3. Alliages commerciaux [HP 1998]**

### **5.3.1. Inconel® 600**

L'alliage 600 est un alliage de nickel et de chrome ayant une bonne résistance à l'oxydation à températures élevées. L'alliage 600 est conçu pour une utilisation allant des températures cryogéniques jusqu'à 1 100°C. Sa concentration élevée de nickel lui permet d'avoir une résistance considérable sous des conditions réductrices et une bonne résistance à la corrosion contre de nombreux composés organiques et inorganiques. De plus, le nickel donne une excellente résistance contre la fissuration causée par les ions de chlore et une bonne résistance aux solutions alcalines. Le contenu en chrome augmente la résistance de l'alliage contre les composés de soufre, ainsi que contre les environnements oxydants. Le chrome fait en sorte que l'alliage 600 est supérieur au nickel pur sous des conditions d'oxydation. L'alliage 600 n'est pas attaqué par la majorité des solutions salines, neutres et alcalines. Il est également utilisé dans des milieux caustiques. Cet alliage n'est pas magnétique, il possède d'excellentes propriétés mécaniques, il a une bonne combinaison entre solidité et ductilité, de plus il est soudable. Cet alliage est utilisé pour les gaines de thermocouples, les tubes d'éthylène, etc. Dans les réacteurs nucléaires, il est utilisé pour les tubes de protection.

### **5.3.2. Inconel® 601**

La plus importante propriété de l'alliage 601 est sa résistance exceptionnelle à l'oxydation à des températures très élevées, allant jusqu'à 1 250°C et ce, même dans des

conditions difficiles, comme les chauffages et refroidissements cycliques. L'alliage est également résistant contre la carburation et l'attaque des sels neutres. La haute concentration de chrome et la présence d'aluminium rendent cet alliage plus particulièrement résistant à l'oxydation à températures élevées. L'alliage 601 possède d'excellentes propriétés thermomécaniques. L'alliage 601 est utilisé pour fabriquer les fixations utilisées dans de nombreux procédés thermiques chimiques. Il se retrouve également dans les systèmes d'échappement des moteurs à essence ainsi que dans les chambres à combustion.

### **5.3.3. Inconel® 625**

C'est un alliage de nickel et de chrome ayant d'excellentes propriétés mécaniques à basses et à hautes températures, qui résiste bien dans des milieux oxydants, réducteurs et neutres. L'addition de niobium agit avec le molybdène pour améliorer les propriétés thermomécaniques. Ces éléments permettent à l'alliage d'avoir une résistance remarquable dans une grande variété de milieux corrosifs, plus particulièrement contre la corrosion localisée, la corrosion intercrystalline et la fissuration causée par les ions de chlore. L'alliage 625 résiste bien à l'oxydation, jusqu'à des températures de 1 050°C. Il a une bonne résistance contre les acides nitriques, phosphoriques et sulfuriques, ainsi que contre les alcalins. L'alliage est principalement utilisé dans les composants qui doivent être exposés à l'eau de mer et à un stress mécanique important. De plus, il est utilisé pour des composants dans la production d'huile et de gaz, où des composés d'hydrogène et du soufre sont présents à des températures dépassant 150°C.



#### **5.3.4. Hastelloy® X**

Hastelloy® X est un alliage de nickel et de chrome. Cet alliage possède une résistance exceptionnelle à l'oxydation à des températures élevées allant jusqu'à 1 200°C. Même si cet alliage est conçu principalement pour résister à la chaleur et à l'oxydation, il a également une très bonne résistance à la fissuration et à la carburation. De plus, il montre une bonne ductilité après des tests prolongés à des températures de 870°C, et il résiste à l'attaque des composés de soufre à températures élevées. L'alliage X est utilisé dans l'industrie pétrochimique et dans les turbines à gaz dans les zones de forte combustion. Il est également utilisé pour des composants dans les fournaises industrielles, étant donné sa très grande résistance à l'oxydation.

#### **5.3.5. Hastelloy® C-276**

L'alliage C-276 est composé de nickel, de chrome et de molybdène avec une addition non-négligeable de tungstène. Cet alliage peut être utilisé dans des milieux oxydants, réducteurs et neutres. C'est un alliage très dur, considéré comme étant le plus versatile des alliages résistant à la corrosion disponible sur le marché. Il a une excellente résistance contre la fissuration et contre les milieux oxydants à plus de 1 000°C. L'alliage C-276 possède une résistance exceptionnelle contre une grande variété d'environnements chimiques, dont les solutions de sels oxydants. Les grandes concentrations de molybdène et de tungstène rendent cet alliage très résistant contre la corrosion localisée. La faible concentration de carbone permet de conserver la résistance à la corrosion lorsque l'alliage

est soudé. L'alliage est utilisé pour la fabrication d'évaporateurs, d'échangeurs de chaleur, de filtres et de mélangeurs, utilisés dans des milieux contenant des acides sulfuriques, et dans l'industrie des pâtes et papier pour les appareils de blanchiment.

### 5.3.6. Alliage 59

L'alliage 59 fait partie de la nouvelle génération d'alliages de la « famille-C ». L'alliage est semblable à l'alliage C-276, mais avec plus de chrome et sans tungstène. Il est extrêmement résistant dans les milieux réducteurs et neutres. Il a également une excellente résistance contre l'oxydation, avec une stabilité améliorée par rapport à l'alliage C-276. L'alliage 59 a également une résistance améliorée contre les attaques intergranulaires par rapport aux technologies C précédentes. L'alliage 59 est utilisé dans l'industrie des pâtes et papier pour les appareils de blanchiment et dans l'industrie du raffinement de l'or pour la fabrication d'évaporateurs, d'échangeurs de chaleur, de filtres et de mélangeurs utilisés dans des milieux acides contenant du chlore.

Tableau 5.1 : Propriétés physiques de différents alliages commerciaux.

	Conductivité thermique (W/mK)	Densité (g/cm <sup>3</sup> )	Chaleur spécifique (J/kgK)	Température de fusion (°C)	Expansion thermique (µm/mK)
<i>Inconel® 600</i>	14,9	8,5	444	1 355 - 1 413	13,3
<i>Inconel® 601</i>	11,2	8,1	448	1 360 - 1 411	13,8
<i>Inconel® 625</i>	9,8	8,4	410	1 290 - 1 350	12,8
<i>Hastelloy® X</i>	9,1	8,2	486	1 260 - 1 355	13,9
<i>Hastelloy® 276</i>	9,8	8,9	427	1 325 - 1 370	11,2
<i>Alliage 59</i>	-	8,6	414	1 310 - 1 360	12,2

### 5.3.7. Nicrobell® E [Burley 1992]

Le Nicrobell® E est un alliage optimisé présentant les forces caractéristiques des quatre premiers alliages de la famille Nicrobell®. La concentration de chrome dans les alliages agit directement sur la résistance à l'oxydation entre 500°C à 1 200°C. Une résistance à la carburation est atteinte et maintenue dans les alliages de nickel, lorsque la concentration de chrome est au-dessus de 20 wt.-%. La concentration optimale de 24 wt.-% de chrome a été obtenue en tenant compte des autres éléments de l'alliage, comme par exemple le molybdène. L'insertion de 2.5 wt.-% de molybdène augmente la résistance à la corrosion aqueuse, mais ne réduit pas la résistance à l'oxydation. La résistance à l'oxydation de l'alliage Nicrobell® E est supérieure à celle de l'alliage Inconel® 600.

Tableau 5.2: Composition de différents alliages commerciaux.

	<i>Ni</i>	<i>Cr</i>	<i>Fe</i>	<i>Mo</i>	<i>W</i>	<i>Nb</i>	<i>Mn</i>	<i>Co</i>	<i>Al</i>	<i>Si</i>	<i>autres</i>
<i>Inconel® 600</i>	74,3	15,5	8,0	-	-	-	1,0	-	-	0,5	0,7
<i>Inconel® 601</i>	61,0	22,5	12,5	-	-	-	1,0	-	1,4	0,5	1,1
<i>Inconel® 625</i>	59,6	21,5	5,0	9,0	-	3,5	0,5	-	0,4	-	0,5
<i>Hastelloy® X</i>	48,4	21,0	19,0	9,0	0,5	-	0,5	1,0	-	0,5	0,1
<i>Hastelloy® 276</i>	56,3	15,5	5,5	15,5	4,0	-	0,5	2,5	-	-	0,2
<i>Alliage 59</i>	58,0	23,0	1,5	16,5	-	-	0,5		0,3	0,1	0,1
<i>Nicrobell® E</i>	72,4	24,0	-	2,5	-	-	-	-	-	1,0	0,1

## 5.4. Autres composés

### 5.4.1. $\text{TiB}_2$ , $\text{ZrB}_2$ [Brook 1991]

Une grande variété d'éléments dans le tableau périodique forment des composés avec le bore. Les borides binaires formés avec des métaux sont un groupe de matériaux représentant un intérêt grandissant, car ils ont des propriétés intéressantes de dureté, de force, d'inertie chimique et de résistance. Les borides sont résistants dans la plupart des réactifs chimiques. Les diborides montrent un excellent mouillage et une excellente stabilité dans les métaux liquides. La résistance à l'oxydation des borides est généralement modérée. En effet, dans l'air, la formation d'oxyde est observée au-dessus de  $927^\circ\text{C}$ . De plus, leurs propriétés mécaniques n'ont pas été étudiées intensivement. L'excellente stabilité des diborides, particulièrement le  $\text{TiB}_2$ , dans l'environnement des cuves d'électrolyse de l'aluminium, l'excellent mouillage dans l'aluminium, ainsi que la haute conductivité électrique permettent de penser qu'une application dans les parois des cuves serait efficace.

Des recherches avaient été entreprises sur des échantillons protégés avec des dépôts de  $\text{TiB}_2$  et de  $\text{ZrB}_2$  [Malé 1996]. Ces échantillons avaient été soumis, dans un premier temps, à un traitement thermique d'une durée totale de 18 heures, à une température de  $1\,000^\circ\text{C}$ , en contact avec des carottes de cathode imprégnées. Il avait été conclu qu'il existait un transfert de matière des carottes imprégnées vers la surface des couches protectrices, que les éléments de contamination diffusaient de manière négligeable dans la couche protectrice, et que l'intégrité physique des revêtements était conservée. Finalement, le  $\text{TiB}_2$

avait conservé son intégrité chimique, alors que le  $\text{ZrB}_2$  avait subi des dégradations. Les dégradations chimiques, et par la suite physiques, de la couche de  $\text{ZrB}_2$  semblaient provenir de la diffusion importante du sodium.

#### 5.4.2. SiC [*Metals 1979*]

Le SiC est le seul composé de silicium et de carbone connu pour être à l'état solide. Il existe plusieurs types de structures cristallines pour ce composé. Le SiC est sublimé et dissocié à températures élevées.

En général, le SiC possède une excellente résistance à l'oxydation jusqu'à 1 650°C. Il est essentiellement stable dans l'air sous 1 000°C et au-dessus de 1 150°C, à cause de la formation d'une couche protectrice de  $\text{SiO}_2$ . Entre ces deux températures, il y a une oxydation qui est fonction de l'état du  $\text{SiO}_2$ . Les matériaux et le milieu d'implantation affectent significativement le degré de résistance à l'oxydation et à la corrosion du SiC. Conséquemment, seules quelques recommandations peuvent être faites pour l'utilisation de ce composé lorsqu'il est exposé à différents éléments à hautes températures. La présence de vapeur d'eau augmente le taux d'oxydation du SiC. Le dioxyde de soufre ( $\text{SO}_2$ ) aggrave les dommages causés par l'oxydation au-dessus de 1 400°C. Le SiC n'est pas affecté par des environnements d'hydrogène, de méthane et d'argon jusqu'à des températures de 1 650°C. Les sels fondus de  $\text{NaOH}$ ,  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  et de  $\text{NaCl}$  provoquent de la corrosion au-dessus de 850°C. Le SiC est presque totalement résistant aux acides et aux bases pour des températures modérées et hautes. Les acides forts comme le HF et les mélanges de HF,

$\text{HNO}_3$  et  $\text{H}_2\text{SO}_4$  n'attaquent pas le SiC. Par contre, il est attaqué par le fluor et le chlore au-dessus de 1 400°C et 600°C respectivement. Le SiC a une bonne résistance au stress thermique lors d'applications à hautes températures.

## 5.5. Conclusions

Quatre critères de résistance ont été établis pour choisir des alliages commerciaux performants, pouvant être utilisés dans la paroi de cuve d'électrolyse. Premièrement, l'addition de chrome joue un rôle de premier plan pour la protection contre l'oxydation à hautes températures. Tous les alliages présentés possèdent au moins 15 % de chrome. Deuxièmement, le molybdène et le tungstène diminuent les risques de fissuration et protègent contre la corrosion localisée. Par contre, une trop grande concentration de ces derniers a tendance à diminuer la résistance à hautes températures. Mais étant donné la diffusion d'ions corrosifs dans les parois des cuves, la présence d'au moins 5 % de molybdène et de tungstène serait bénéfique pour l'alliage. Les alliages Inconel® 625 (Mo 9 %), Hastelloy® X (Mo + W = 9,5 %), Hastelloy® C-276 (Mo + W = 19,5 %) et l'alliage 59 (Mo 16,5 %) possèdent ces éléments.

Troisièmement, la présence de fer dans les alliages n'améliore pas la résistance à la corrosion. Une trop grande concentration de fer (au-dessus de 10 %) n'est pas bénéfique, car la concentration d'autres éléments plus résistants est moindre. Les alliages Inconel® 600 (8 %), Inconel® 625 (5 %), Hastelloy® C-276 (5,5 %), alliage 59 (1,5 %) et

Nicrobell® E (~) possèdent peu de fer. Enfin, une forte concentration de nickel permet d'augmenter la résistance contre la fissuration causée par l'infiltration d'ions. Une concentration au-dessus de 45 % donne une excellente protection. Les alliages Inconel® 600 (74,3 %), Inconel® 601 (61 %), Inconel® 625 (59,6 %), Hastelloy® X (48,4 %), Hastelloy® C-276 (56,3 %), alliage 59 (58 %) et Nicrobell® E (72,4 %) possèdent une forte concentration de nickel.

Les alliages Inconel® 625, Hastelloy® C-276 et l'alliage 59 répondent aux quatre critères principaux de résistance dans un milieu corrosif à hautes températures. Un revêtement de  $\text{TiB}_2$  est également recommandé.

## 6.

### Conclusions finales

Un capteur thermique a été mis au point pour détecter l'épaisseur et la forme du profil de gelée dans la cuve d'électrolyse de l'aluminium. Un programme d'analyse des signaux fournis par le capteur a été développé. Des expériences en laboratoire ont permis de valider la procédure d'identification. Ainsi, un dispositif expérimental fonctionnant à hautes températures a été construit. Finalement, des matériaux pouvant être utilisés pour la protection des thermocouples ont été présentés. Les principales conclusions de cette étude sont :

- 1- La procédure d'identification fonctionne adéquatement pour déterminer l'épaisseur moyenne des couches de sable.
- 2- Les formes complexes peuvent être identifiées plus précisément en diminuant l'angle de vision du capteur.
- 3- Le paramètre de régularisation ne peut être nul, car il y a des risques d'instabilité.
- 4- L'augmentation du nombre de mesures n'a pas d'effet bénéfique sur la précision des résultats d'identification. Le paramètre de régularisation doit être augmenté lorsque le nombre de mesures augmente.



- 5- Il n'est pas nécessaire de connaître précisément la température de changement de phase de la gelée. Les répercussions d'une mauvaise évaluation de cette température sur la précision des courbes identifiées sont faibles. Cependant, la précision de l'identification de l'interface isotherme dépend des conditions de frontière et des conductivités thermiques prescrites dans le programme.
- 6- Les alliages Inconel® 625, Hastelloy® C-276, 59 et un revêtement de  $\text{TiB}_2$  sont recommandés pour la protection de thermocouples implantés dans la paroi de la cuve d'électrolyse.

## **6.1. Suggestions pour les travaux futurs**

Dans un premier temps, il sera nécessaire d'adapter la procédure d'identification à l'environnement réel de la paroi de la cuve. Pour ce faire, un modèle numérique de la paroi devra être développé pour simuler les mesures de température prises par le capteur. Parallèlement à ces travaux, des expériences en laboratoire devront être menées avec le capteur implanté dans un bloc de graphite (matériau maintenant utilisé pour les parois des cuves). Ainsi, le capteur et la procédure d'identification seront prêts pour une installation à l'usine.

Une installation dans la paroi de la cuve est nécessaire pour évaluer la performance et la résistance à long terme du capteur. Les tests en laboratoire et les simulations numériques ne peuvent reproduire toutes les conditions prévalant dans la paroi de la cuve.

## Bibliographie

- [1] ASM International Handbook Committee, Metals Handbooks Volume 2 (Materials Park : ASM International Publications, 1990), 1330p.
- [2] Beck J. V., Blackwell B., St. Clair C. R., Inverse Heat Conduction (New-York : Wiley-Interscience Publications, 1985), 308p.
- [3] Brook R. J., Cahn R. W., Bever M. B., Concise Encyclopedia of Advanced Ceramics Materials (Cambridge : MIT Press, 1991), 588p.
- [4] Burggraf O. R., « An exact solution of the inverse problem in heat conduction theory and application », J. Heat Transfer, 86 (1964), pp373-382.
- [5] Burley N. A., « N-CLAD-N; A novel integrally sheathed thermocouple : Optimum design rationale for ultra-high thermoelectric stability », Temperature, (1992), pp579-584.
- [6] Chun M.-H., Choi H.-O., Jun H.-G., Kim Y.-S., « Phase-change front prediction by measuring the wall temperature on which solidification occurs », Int. J. Heat Mass Transfer, 30 (12) (1987), pp2641-2650.
- [7] Hadamard J., Lectures on Cauchy's problem in linear partial differential equations (New-York : Dover Publications, 1952), 316p.
- [8] HP Alloys, <http://www.corrosion.net>, (1998).
- [9] Huang C.-H., Tsai C.-C., « A transient inverse two-dimensional geometry problem in estimating time-dependent irregular boundary configurations », Int. J. Heat Mass Transfer, 41 (12) (1998), pp1707-1718.

- [10] Katz M. A., Rubinsky B., « An inverse finite-element technique to determine the change of phase interface location in one-dimensional melting problems », Numerical Heat Transfer, 7 (1984), pp269-283.
- [11] Kurpisz K, Nowak A. J., Inverse Thermal Problems (Boston : Computational Mechanics Publications, 1995), 260p.
- [12] Landram C. S., « Measurement of fusion boundary energy transport during arc welding », J. Heat Transfer, 105 (1983), pp550-554.
- [13] Malé G., « Essais de longue durée : caractérisation » (rapport interne UQAC - Odeillo, 1996), 9p.
- [14] Metals and Ceramics Information Center, Engineering property data on selected ceramics Volume 2 (Columbus : MCIC Publications, 1979).
- [15] Patankar S. V., Numerical Heat Transfer and Fluid Flow (New-York : Hemisphere Publications, 1980), 197p.
- [16] Péneau S., Jarny Y., Sarda A., « Isotherm shape identification for a two dimension heat conduction problem », Inverse Problems in Engineering Mechanics (Rotterdam : Bui, Tanaka *et al.*, 1994), pp47-53.
- [17] Raynaud M., « Comparison of space marching finite difference technique and function minimization technique for the estimation of the front location in nonlinear melting problem », IFAC Control of Distributed Parameter, (1989), pp389-394.
- [18] Zabaras N., Ruan Y., « A deforming finite-element method analysis of inverse stefan problems », Int. J. Numerical Methods Engineering, 28 (1989), pp295-313.

## **Annexe : Programme d'identification**

```

C***** PROGRAMME PRINCIPAL *****
C***** VERSION 2.1 *****

      INCLUDE 'COMMON.FOR'
      REAL*8 germe      ! germe pour la génération des nombres
      REAL*8 sigma      ! variance pour la génération des nombres

      Ymea(1)=343.4      ! y=0.1524      ---> TC1
      Ymea(2)=347.3      ! y=0.1524      ---> TC2
      Ymea(3)=352.1      ! y=0.1524      ---> TC3
      front=282.8        ! y=0.0        ---> TC6
      bain=936.0         ! graphite

      delta=3.0
      s(1)=0.2500
      s(2)=0.2500
      s(3)=0.2500
      xs(1)=0.0381
      xs(2)=0.1143
      xs(3)=0.1905
      alpha=0.0005
C  e=0.005

      XL=0.2286          ! 8 pouces=0.2032m + 2*0.0127
      YL=0.3048          ! 12 pouces = 0.3048m
      CAT=0.2032         ! 8 pouces = 0.2032m
      L1=11
      M1=120
      BT=11              ! nombre de volumes + 1 dans la cathode

      fonct=0
      iattach=0
      ndata=3
      arret=0.0001

C  germe=3888.
C  sigma=0.5
C  erreur2=0.0
C  CALL ERREURT (germe,sigma)

      CALL START1
      CALL SETUP1
      CALL REGULARIZATION

      STOP
      END

```

```

C*****
SUBROUTINE REGULARIZATION
C*****
  INCLUDE 'COMMON.FOR'
  INTEGER compte      ! compteur de boucle pour la modification de alpha
  REAL    A(3,3)      !  $A=XT*X+(\alpha*H1T*W*H1)$ 
  REAL    alpha0      ! coefficient de régularisation initial
  REAL    B(3)        !  $B=XT*C+XT*X*s$ 
  REAL    beta        ! plus grande valeur sur la diagonale  $XT*X$ 
  REAL    C(3)        !  $C=Ymea-T1$ 
  REAL    DD(3)       !  $DD=XT*C$ 
  REAL    DDD(3)      !  $DDD=XT*X*s$ 
  REAL    ds(3)       ! variation de la position
  REAL    ecart       !  $(Y-T)T*(Y-T)$ 
  REAL    gamma       ! constante pour la modification de alpha
  REAL    H1(3,3)     ! matrice de régularisation d'ordre 1
  REAL    H12(3,3)    !  $H12=H1T*WH1$ 
  REAL    H1T(3,3)    ! matrice de régularisation transposée
  REAL    IDEN(3,3)   ! matrice identité
  REAL    rho         ! écart généralisé
  REAL    sens(3,3)   ! matrice des coefficients de sensibilité
  REAL    sensT(3,3)  ! matrice des coefficients transposée
  REAL    sens2(3,3)  !  $sens2=XT*X$ 
  REAL    T1(3)       ! températures calculées positions thermocouples
  REAL    T2(3)       ! températures avec position perturbée
  REAL    W(3,3)      !  $W=beta*I$ 
  REAL    WH1(3,3)    !  $WH1=W*H1$ 

  DATA H1/-1.0, 0.0, 0.0, 1.0, -1.0, 0.0, 0.0, 1.0, 0.0/
  gamma=0.5
  compte=1
  alpha0=alpha
  rho=1.0

  OPEN(30,FILE='RESULTATS/SIMUL'//CHAR(64)//CHAR(64+IATTACH+1)
1  //'/'/'TXT',STATUS='UNKNOWN')
  DO WHILE (rho.GT.0.0)
    k=0
    DO WHILE (((k.EQ.0).OR.(ABS(ds(1)).GT.arret).OR.(ABS(ds(2))
1      .GT.arret).OR.(ABS(ds(3)).GT.arret)).AND.(k.LT.10))
      k=k+1
C  * calcul de la température à la position estimée
    CALL INTERPOLATION
    CALL GEO
    CALL START2
    CALL DIRECT
C  * températures calculées à la position des termocouples
    T1(1)=F(4,9,1)
    T1(2)=F(6,9,1)
    T1(3)=F(8,9,1)
    WRITE(6,1000) T1(1),T1(2),T1(3)
C  * calcul de la matrice de sensibilité

```

```

      DO j=1,ndata
C   * calcul de la température avec la position perturbée
      do l=1,L1
        if((j.EQ.1).AND.(l.LE.4)) pos(l)=pos(l)+0.00094
        if((j.EQ.2).AND.(l.GE.5).AND.(l.LE.7))
1      pos(l)=pos(l)+0.00094
        if((j.EQ.3).AND.(l.GE.8)) pos(l)=pos(l)+0.00094
      end do
      CALL GEO
      CALL START2
      CALL DIRECT
      T2(1)=F(4,9,1)
      T2(2)=F(6,9,1)
      T2(3)=F(8,9,1)
      WRITE(6,1000) T2(1),T2(2),T2(3)
      do l=1,L1
        if((j.EQ.1).AND.(l.LE.4)) pos(l)=pos(l)-0.00094
        if((j.EQ.2).AND.(l.GE.5).AND.(l.LE.7))
1      pos(l)=pos(l)-0.00094
        if((j.EQ.3).AND.(l.GE.8)) pos(l)=pos(l)-0.00094
      end do
C   * calcul des coefficients de sensibilité
      DO i=1,ndata
        sens(i,j)=(T2(i)-T1(i))/(0.00094)
      END DO
    END DO
C   * calcul du produit matriciel: sens2=XT*X
      CALL TRANSPOS(sens,ndata,sensT)
      CALL PRODDMM(sensT,sens,ndata,sens2)
C   * détermination de la plus grande valeur sur la diagonale de sens2=XT*X
C   * calcul de la matrice W: W=beta*I
      beta=0.
      DO i=1,ndata
        IF (sens2(i,i).GT.beta) beta=sens2(i,i)
      END DO

      DATA IDEN/1.0, 0.0, 0.0, 0.0, 1.0, 0.0, 0.0, 0.0, 1.0/
      DO i=1,ndata
        DO j=1,ndata
          W(i,j)=beta*(IDEN(i,j))
        END DO
      END DO
C   * calcul du produit matriciel: WH1=W*H1
C   * calcul du produit matriciel: H12=H1T*WH1
      CALL PRODDMM(W,H1,ndata,WH1)
      CALL TRANSPOS(H1,ndata,H1T)
      CALL PRODDMM(H1T,WH1,ndata,H12)
C   * addition: A=XT*X+(alpha*H1T*W*H1)
C   et soustraction: C=Ymea-T1
      DO i=1,ndata
        DO j=1,ndata
          A(i,j)=sens2(i,j)+(alpha*H12(i,j))

```

```

        END DO
        C(i)=Ymea(i)-T1(i)
    END DO
C * calcul du produit: DD=XT*C
C * calcul du produit: DDD=XT*X*s
C * addition: B=XT*C+XT*X*s
    CALL PRODMV(sensT,C,ndata,DD)
    CALL PRODMV(sens2,s,ndata,DDD)
    DO i=1,ndata
        B(i)=DD(i)+DDD(i)
    END DO
C * solution du système matriciel: A*X=B
    CALL GAUSSJ(A,NDATA,NDATA,B,1,1)
C * calcul de la variation et mise en mémoire de la position
C * limite supérieure de la position de l'interface
C * écriture de la position à l'écran
    DO i=1,ndata
        ds(i)=B(i)-s(i)
        s(i)=B(i)
    END DO
    DO i=1,ndata
        IF (s(i).GT.0.31) s(i)=0.30
        IF (s(i).LT.0.20) s(i)=0.21
    END DO
    WRITE(6,*)
    WRITE(6,1000) ds(1),ds(2),ds(3)
    WRITE(6,1000) s(1),s(2),s(3)
    WRITE(6,*)
    WRITE(30,*)
    WRITE(30,1000) ds(1),ds(2),ds(3)
    WRITE(30,1000) s(1),s(2),s(3)
    WRITE(30,*)
END DO
C * écart généralisé
CALL INTERPOLATION
CALL GEO
CALL START2
CALL DIRECT
T1(1)=F(4,9,1)
T1(2)=F(6,9,1)
T1(3)=F(8,9,1)
ecart=0.0
DO i=1,ndata
    C(i)=Ymea(i)-T1(i)
    ecart=ecart+C(i)**2
END DO
IF(fonct.EQ.1)THEN
    rho=ecart-delta-0.1500
    WRITE(6,3000)'iteration ',k
    WRITE(6,2000)'Ymea-T1      ',C(1),C(2),C(3)
    WRITE(6,2000)'ANCIEN ALPHA  ',alpha
    WRITE(30,3000)'iteration ',k

```



```

WRITE(30,2000)'Ymea-T1      :',C(1),C(2),C(3)
WRITE(30,2000)'ANCIEN ALPHA  ',alpha
alpha=alpha0*gamma**compte
compte=compte+1
WRITE(6,2000)'ecart generalise:',rho,ecart,delta
WRITE(6,2000)'NOUVEAU ALPHA  ',alpha
WRITE(30,2000)'ecart generalise:',rho,ecart,delta
WRITE(30,2000)'NOUVEAU ALPHA  ',alpha
ELSE
rho=-1.0
END IF
END DO
rho=ecart-delta-0.1500
WRITE(6,4000)
WRITE(6,3000)'iteration ',k
WRITE(6,*)
WRITE(6,2000)'Ymea-T1      :',C(1),C(2),C(3)
WRITE(6,2000)'Position finale :',s(1),s(2),s(3)
WRITE(6,*)
WRITE(6,2000)'ecart generalise:',rho,ecart,delta
WRITE(30,4000)
WRITE(30,3000)'iteration ',k
WRITE(30,*)
WRITE(30,2000)'Ymea-T1      :',C(1),C(2),C(3)
WRITE(30,2000)'Position finale :',s(1),s(2),s(3)
WRITE(30,*)
WRITE(30,2000)'ecart generalise:',rho,ecart,delta
1000 FORMAT(3(F12.4))
2000 FORMAT((A17),3(F12.4))
3000 FORMAT((A10),(I2))
4000 FORMAT(14X,40(1H*),/)
CLOSE(30)
RETURN
END

C*****
SUBROUTINE DIRECT
C*****
INCLUDE 'COMMON.FOR'
10 CALL BOUND
CALL OUTPUT
IF(LSTOP) GO TO 12
CALL SETUP2
GO TO 10
12 CONTINUE
CALL POST
RETURN
END

```

```

C*****
SUBROUTINE USER
C*****
INCLUDE 'COMMON.FOR'
REAL T(nd,nd),GAM(nd,nd)
EQUIVALENCE (F(1,1,1),T(1,1,1)),(F(1,1,2),GAM(1,1))
REAL DY1
REAL DY2
! distance entre chaque noeud dans la cathode
! distance entre chaque noeud dans la gelée
C*****
ENTRY START1
MODE=1
R(1)=0.0
THICK=1.0
cond=0.000001
LAST=2000
C * maillage non-uniforme
XU(2)=0.
DX=XI/FLOAT(L1-2)
DO 1 I=3,L1
XU(I)=XU(I-1)+DX
YV(2)=0.
DY1=CAT/LOAT(BT-1)
DY2=(YL-CAT)/LOAT(M1-BT-1)
DO 2 J=3,BT+1
YV(J)=YV(J-1)+DY1
DO 3 J=BT+2,M1
YV(J)=YV(J-1)+DY2
RETURN
C*****
ENTRY START2
! *****
C * initialisation
tprec1=0.
tprec2=0.
tprec3=0.
LSTOP=FALSE.
ITER=0
RELAX(1)=1.
LSOLVE(1)=.true.
C * températures initiales
DO i=1,L1
DO j=1,M1
T(i,j)=bain
IF (j.eq.1) T(i,j)=front
IF (j.eq.M1) T(i,j)=bain
END DO
END DO
RETURN

```

```

C*****
ENTRY GEO
C * changement de géométrie: désactive l'élément si pos(i) est plus
  petit ou égale à la valeur du noeud
DO i=1,L1
  k0=1
  k1=M1
DO WHILE (k0.LT.k1-1)
    temp=(k0+k1)/2
    k=INT(temp)
    IF (pos(i).GT.y(k)) THEN
      k0=k
    ELSE
      k1=k
    END IF
  END DO
  ypos(i)=k0
  DO j=k1,M1
    GAM(g,j)=1.E10
  END DO
  END DO
RETURN
C*****

C * conditions de frontière
DO j=2,M2
  T(1,j)=T(2,j)
  T(L1,j)=T(L2,j)
END DO
RETURN
C*****

C*****
ENTRY OUTPUT
C * condition d'arrêt du programme
IF(ITER.GT.0) THEN
  IF((ABS(T(INT(L1/2),(ypos(INT(L1/2))-2))-tprec1).LT.cond).AND.
  1 (ABS(T(INT(L1*0.25),(ypos(INT(L1*0.25))-2))-tprec2).LT.cond).AND.
  2 (ABS(T(INT(L1*0.75),(ypos(INT(L1*0.75))-2))-tprec3).LT.cond))
  3 LSTOP=.TRUE.
  tprec1=T(INT(L1/2),(ypos(INT(L1/2))-2))
  tprec2=T(INT(L1*0.25),(ypos(INT(L1*0.25))-2))
  tprec3=T(INT(L1*0.75),(ypos(INT(L1*0.75))-2))
END IF
RETURN

```

```

*****
ENTRY GAMSOR
DO i=1,L1
C * conductivité de la cathode
  DO j=1,BT
    GAM(i,j)=7.0+(0.5E-3)*T(i,j)
  END DO
C * conductivité de la gelée
  DO j=BT+1,ypos(i)
    GAM(i,j)=(4.1E-4)*T(i,j)-0.05141
  END DO
END DO
RETURN
END

C*****
SUBROUTINE SETUP
C*****
INCLUDE 'COMMON.FOR'
REAL DIFF
REAL T(nd,nd),GAM(nd,nd)
EQUIVALENCE(F(1,1,1),T(1,1)),(F(1,1,2),GAM(1,1))
C*****
ENTRY SETUP1
L2=L1-1
L3=L2-1
M2=M1-1
M3=M2-1
X(1)=XU(2)
DO 5 I=2,L2
5 X(I)=0.5*(XU(I+1)+XU(I))
X(L1)=XU(L1)
Y(1)=YV(2)
DO 10 J=2,M2
10 Y(J)=0.5*(YV(J+1)+YV(J))
Y(M1)=YV(M1)
DO 15 I=2,L1
15 XDIF(I)=X(I)-X(I-1)
DO 18 I=2,L2
18 XCV(I)=XU(I+1)-XU(I)
DO 35 J=2,M1
35 YDIF(J)=Y(J)-Y(J-1)
DO 40 J=2,M2
40 YCV(J)=YV(J+1)-YV(J)
IF(MODE.NE.1) GO TO 55
DO 52 J=1,M1
RMN(J)=1.0
52 R(J)=1.0
GO TO 56
55 DO 50 J=2,M1
50 R(J)=R(J-1)+YDIF(J)
RMN(2)=R(1)

```

```

      DO 60 J=3,M2
60  RMN(J)=RMN(J-1)+YCV(J-1)
      RMN(M1)=R(M1)
56  CONTINUE
      DO 62 J=2,M2
      YCVR(J)=R(J)*YCV(J)
      ARX(J)=YCVR(J)
62  CONTINUE
      DO 95 J=1,M1
      DO 95 I=1,L1
      CON(I,J)=0.
      AP(I,J)=0.
95  CONTINUE
      RETURN
C*****
      ENTRY SETUP2
      CALL RESET
      IST=2
      JST=2
      NF=1
      CALL GAMSOR
      REL=1.-RELAX(NF)
      DO 602 I=2,L2
      AREA=R(1)*XCV(I)
      DIFF=AREA*GAM(I,1)/YDIF(2)
602  AJM(I,2)=DIFF
      DO 603 J=2,M2
      DIFF=ARX(J)*GAM(1,J)/(XDIF(2)*1.)
      AIM(2,J)=DIFF
      DO 603 I=2,L2
      IF(I.EQ.L2) GO TO 604
      DIFF=ARX(J)*2.*GAM(I,J)*GAM(I+1,J)/((XCV(I)*GAM(I+1,J)+
1  XCV(I+1)*GAM(I,J)+1.0E-30)*1.)
      GO TO 605
604  CONTINUE
      DIFF=ARX(J)*GAM(L1,J)/(XDIF(L1)*1.)
605  CONTINUE
      AIM(I+1,J)=DIFF
      AIP(I,J)=AIM(I+1,J)
      AREA=RMN(J+1)*XCV(I)
      IF(J.EQ.M2) GO TO 606
      DIFF=AREA*2.*GAM(I,J)*GAM(I,J+1)/(YCV(J)*GAM(I,J+1)+
1  YCV(J+1)*GAM(I,J)+1.0E-30)
      GO TO 607
606  CONTINUE
      DIFF=AREA*GAM(I,M1)/YDIF(M1)
607  CONTINUE
      AJM(I,J+1)=DIFF
      AJP(I,J)=AJM(I,J+1)
      VOL=YCVR(J)*XCV(I)*THICK
      APT=1./(1.E10)
      AP(I,J)=AP(I,J)-APT

```

```

CON(I,J)=CON(I,J)+APT*F(I,J,NF)
AP(I,J)=(-AP(I,J)*VOL+AIP(I,J)+AIM(I,J)+AJP(I,J)+AJM(I,J))
1/RELAX(NF)
CON(I,J)=CON(I,J)*VOL+REL*AP(I,J)*F(I,J,NF)
603  CONTINUE
      CALL SOLVE
600  CONTINUE
      ITER=ITER+1
      IF(ITER.GE.LAST) LSTOP=.TRUE.
      RETURN
      END

C*****
SUBROUTINE SOLVE
C*****
  INCLUDE 'COMMON.FOR'
  DIMENSION D(nd),VAR(nd),VARM(nd),VARP(nd),PHIBAR(nd)
C*****
  ISTF=IST-1
  JSTF=JST-1
  IT1=L2+IST
  IT2=L3+IST
  JT1=M2+JST
  JT2=M3+JST
C*****
  DO 391 N=NF,NF
  COME HERE TO DO BLOCK CORRECTION
C*****
C  SUMMING IN I DIRECTION
C*****
    DO 22 J=JST,M2
      VAR(J)=0.
      VARP(J)=0.
      VARM(J)=0.
      D(J)=0.
      DO 33 I=IST,L2
        VAR(J)=VAR(J)+AP(I,J)
        IF(I.NE.IST) VAR(J)=VAR(J)-AIM(I,J)
        IF(I.NE.L2) VAR(J)=VAR(J)-AIP(I,J)
        VARM(J)=VARM(J)+AJM(I,J)
        VARP(J)=VARP(J)+AJP(I,J)
        D(J)=D(J)+CON(I,J)+AIP(I,J)*F(I+1,J,N)+AIM(I,J)*
1 F(I-1,J,N)+AJP(I,J)*F(I,J+1,N)+AJM(I,J)*F(I,J-1,N)-
2 AP(I,J)*F(I,J,N)
33  CONTINUE
22  CONTINUE
      PHIBAR(M1)=0.
      PHIBAR(JSTF)=0.
      PT(JSTF)=0.
      QT(JSTF)=PHIBAR(JSTF)
      DO 44 J=JST,M2
        DENOM=VAR(J)-PT(J-1)*VARM(J)+1.E-30

```

```

PT(J)=VARP(J)/DENOM
TEMP=D(J)
QT(J)=(TEMP+VARM(J)*QT(J-1))/DENOM
44 CONTINUE
DO 45 JJ=JST,M2
J=JT1-JJ
45 PHIBAR(J)=PHIBAR(J+1)*PT(J)+QT(J)
DO 47 I=IST,L2
DO 47 J=JST,M2
47 F(I,J,N)=F(I,J,N)+PHIBAR(J)
C*****
C SUMMING IN J DIRECTION
C*****
DO 51 I=IST,L2
VAR(I)=0.
VARP(I)=0.
VARM(I)=0.
D(I)=0.
DO 53 J=JST,M2
VAR(I)=VAR(I)+AP(I,J)
IF(J.NE.JST) VAR(I)=VAR(I)-AJM(I,J)
IF(J.NE.M2) VAR(I)=VAR(I)-AJP(I,J)
VARP(I)=VARP(I)+AIP(I,J)
VARM(I)=VARM(I)+AIM(I,J)
D(I)=D(I)+CON(I,J)+AIP(I,J)*F(I+1,J,N)+
1 AIM(I,J)*F(I-1,J,N)+AJP(I,J)*F(I,J+1,N)+AJM(I,J)*
2 F(I,J-1,N)-AP(I,J)*F(I,J,N)
53 CONTINUE
51 CONTINUE
PHIBAR(L1)=0.
PHIBAR(ISTF)=0.
PT(ISTF)=0.
QT(ISTF)=PHIBAR(ISTF)
DO 57 I=IST,L2
DENOM=VAR(I)-PT(I-1)*VARM(I)
PT(I)=VARP(I)/DENOM
TEMP=D(I)
QT(I)=(TEMP+QT(I-1)*VARM(I))/DENOM
57 CONTINUE
DO 58 II=IST,L2
I=IT1-II
58 PHIBAR(I)=PHIBAR(I+1)*PT(I)+QT(I)
DO 59 I=IST,L2
DO 59 J=JST,M2
59 F(I,J,N)=F(I,J,N)+PHIBAR(J)
60 CONTINUE
C*****
DO 90 J=JST,M2
PT(ISTF)=0.
QT(ISTF)=F(ISTF,J,N)
DO 70 I=IST,L2
DENOM=AP(I,J)-PT(I-1)*AIM(I,J)

```

```

PT(I)=AIP(I,J)/DENOM
TEMP=CON(I,J)+AJP(I,J)*F(I,J+1,N)+AJM(I,J)*F(I,J-1,N)
QT(I)=(TEMP+AIM(I,J)*QT(I-1))/DENOM
70 CONTINUE
DO 80 II=IST,L2
I=IT1-II
80 F(I,J,N)=F(I+1,J,N)*PT(I)+QT(I)
90 CONTINUE
C*****
DO 190 JJ=JST,M3
J=JT2-JJ
PT(ISTF)=0.
QT(ISTF)=F(ISTF,J,N)
DO 170 I=IST,L2
DENOM=AP(I,J)-PT(I-1)*AIM(I,J)
PT(I)=AIP(I,J)/DENOM
TEMP=CON(I,J)+AJP(I,J)*F(I,J+1,N)+AJM(I,J)*F(I,J-1,N)
QT(I)=(TEMP+AIM(I,J)*QT(I-1))/DENOM
170 CONTINUE
DO 180 II=IST,L2
I=IT1-II
180 F(I,J,N)=F(I+1,J,N)*PT(I)+QT(I)
190 CONTINUE
C*****
DO 290 I=IST,L2
PT(JSTF)=0.
QT(JSTF)=F(I,JSTF,N)
DO 270 J=JST,M2
DENOM=AP(I,J)-PT(J-1)*AJM(I,J)
PT(J)=AJP(I,J)/DENOM
TEMP=CON(I,J)+AIP(I,J)*F(I+1,J,N)+AIM(I,J)*F(I-1,J,N)
QT(J)=(TEMP+AJM(I,J)*QT(J-1))/DENOM
270 CONTINUE
DO 280 JJ=JST,M2
J=JT1-JJ
280 F(I,J,N)=F(I,J+1,N)*PT(j)+QT(j)
290 CONTINUE
C*****
DO 390 II=IST,L3
I=IT2-II
PT(JSTF)=0.
QT(JSTF)=F(I,JSTF,N)
DO 370 J=JST,M2
DENOM=AP(I,J)-PT(J-1)*AJM(I,J)
PT(J)=AJP(I,J)/DENOM
TEMP=CON(I,J)+AIP(I,J)*F(I+1,J,N)+AIM(I,J)*F(I-1,J,N)
QT(J)=(TEMP+AJM(I,J)*QT(J-1))/DENOM
370 CONTINUE
DO 380 JJ=JST,M2
J=JT1-JJ
380 F(I,J,N)=F(I,J+1,N)*PT(j)+QT(j)
390 CONTINUE

```



```

391  CONTINUE
C*****
999  CONTINUE
      ENTRY RESET
      DO 400 J=2,M2
      DO 400 I=2,L2
      CON(I,J)=0.
      AP(I,J)=0.
400  CONTINUE
      RETURN
      END

C*****
      SUBROUTINE ERREURT (germe,sigma)
C*****
      INCLUDE 'COMMON.FOR'
      REAL    u(3)          ! nombres aléatoires de distribution normale
      REAL*8   germe,sigma
C  * génération de nombres de distribution normale u et ajout
C  d'une erreur de mesure: Ymea=Yexact+(erreur2*u)
      delta=0.0
      DO I=1,ndata
      CALL NORMAL(germe,sigma,u(i))
      Ymea(i)=Yexact(i)+erreur2*u(i)
      delta=delta+(erreur2*u(i))**2
      END DO
      WRITE(6,1000) u(1),u(6),u(5)
      WRITE(6,1000) Ymea(1),Ymea(2),Ymea(3)
      WRITE(6,1000) delta
      WRITE(6,*)
1000  FORMAT(3(F12.4))
      RETURN
      END

C*****
      SUBROUTINE GAUSSJ(A,N,NP,B,M,MP)
C*****
      PARAMETER (NMAX=50)
      DIMENSION A(NP,NP),B(NP,MP),IPIV(NMAX),INDXR(NMAX),INDXC(NMAX)
      DO 11 J=1,N
      IPIV(J)=0
11  CONTINUE
      DO 22 I=1,N
      BIG=0.
      DO 13 J=1,N
      IF(IPIV(J).NE.1)THEN
      DO 12 K=1,N
      IF (IPIV(K).EQ.0) THEN
      IF (ABS(A(J,K)).GE.BIG)THEN
      BIG=ABS(A(J,K))
      IROW=J
      ICOL=K

```

```

ENDIF
ELSE IF (IPIV(K).GT.1) THEN
  PAUSE 'Singular matrix'
ENDIF
12 CONTINUE
ENDIF
13 CONTINUE
  IPIV(ICOL)=IPIV(ICOL)+1
  IF (IROW.NE.ICOL) THEN
    DO 14 L=1,N
      DUM=A(IROW,L)
      A(IROW,L)=A(ICOL,L)
      A(ICOL,L)=DUM
    14 CONTINUE
    DO 15 L=1,M
      DUM=B(IROW,L)
      B(IROW,L)=B(ICOL,L)
      B(ICOL,L)=DUM
    15 CONTINUE
    ENDIF
    INDXR(I)=IROW
    INDXC(I)=ICOL
    IF (A(ICOL,ICOL).EQ.0.) PAUSE 'Singular matrix.'
    PIVINV=1./A(ICOL,ICOL)
    A(ICOL,ICOL)=1.
    DO 16 L=1,N
      A(ICOL,L)=A(ICOL,L)*PIVINV
    16 CONTINUE
    DO 17 L=1,M
      B(ICOL,L)=B(ICOL,L)*PIVINV
    17 CONTINUE
    DO 21 LL=1,N
      IF(LL.NE.ICOL)THEN
        DUM=A(LL,ICOL)
        A(LL,ICOL)=0.
        DO 18 L=1,N
          A(LL,L)=A(LL,L)-A(ICOL,L)*DUM
        18 CONTINUE
        DO 19 L=1,M
          B(LL,L)=B(LL,L)-B(ICOL,L)*DUM
        19 CONTINUE
      ENDIF
    21 CONTINUE
    22 CONTINUE
    DO 24 L=N,1,-1
      IF(INDXR(L).NE.INDXC(L))THEN
        DO 23 K=1,N
          DUM=A(K,INDXR(L))
          A(K,INDXR(L))=A(K,INDXC(L))
          A(K,INDXC(L))=DUM
        23 CONTINUE
      ENDIF
    24 CONTINUE
  ENDIF

```

```

24 CONTINUE
   RETURN
   END

```

```

C*****
SUBROUTINE INTERPOLATION

```

```

C*****
  INCLUDE 'COMMON.FOR'
  DO I=2,L2
    CALL POLINT(xs,s,ndata,x(i),pos(i),erreur1)
  END DO
  pos(1)=pos(2)
  pos(L1)=pos(L2)
  RETURN
  END

```

```

C*****
SUBROUTINE POLINT(XA,YA,N,X,Y,DY)

```

```

C*****
  PARAMETER (NMAX=25)
  DIMENSION XA(N),YA(N),C(NMAX),D(NMAX)
  NS=1
  DIF=ABS(X-XA(1))
  DO 11 I=1,N
    DIFT=ABS(X-XA(I))
    IF (DIFT.LT.DIF) THEN
      NS=I
      DIF=DIFT
    ENDIF
    C(I)=YA(I)
    D(I)=YA(I)
11 CONTINUE
  Y=YA(NS)
  NS=NS-1
  DO 13 M=1,N-1
    DO 12 I=1,N-M
      HO=XA(I)-X
      HP=XA(I+M)-X
      W=C(I+1)-D(I)
      DEN=HO-HP
      IF(DEN.EQ.0.)PAUSE
      DEN=W/DEN
      D(I)=HP*DEN
      C(I)=HO*DEN
12 CONTINUE
    IF (2*NS.LT.N-M)THEN
      DY=C(NS+1)
    ELSE
      DY=D(NS)
      NS=NS-1
    ENDIF
    Y=Y+DY
13 CONTINUE

```

```

13 CONTINUE
   RETURN
   END

```

```

C*****
SUBROUTINE NORMAL(X1,SIGMA,U)

```

```

C*****
  INTEGER TEST
  REAL U
  REAL*8 X1,SIGMA,R1I,R2I,F
  TEST=1
  DO WHILE (TEST.EQ.1)
    CALL GEN(X1,R1I)
    XI=R1I*16.*SIGMA-8.*SIGMA
    F=DEXP(-0.5*(XI/SIGMA)**2)
    CALL GEN(X1,R2I)
    IF(R2I.LE.F) THEN
      TEST=0
    END IF
  END DO
  U=SNGL(XI)
  RETURN
  END

```

```

C*****
SUBROUTINE GEN(X1,U2)

```

```

C*****
  REAL*8 X1,U2
  X1=DMOD(16807.D0*X1,2147483647.D0)
  U2=X1/2147483647.D0
  RETURN
  END

```

```

C*****
SUBROUTINE PRODMM (A,B,NDATA,C)

```

```

C*****
  REAL A(NDATA,NDATA),B(NDATA,NDATA),C(NDATA,NDATA)
  DO I=1,NDATA
    DO J=1,NDATA
      C(I,J)=0.
      DO L=1,NDATA
        C(I,J)=C(I,J)+A(I,L)*B(L,J)
      END DO
    END DO
  END DO
  RETURN
  END

```

```

C*****
SUBROUTINE PRODMV (A,B,NDATA,C)
C*****
REAL A(NDATA,NDATA),B(NDATA),C(NDATA)
DO I=1,NDATA
  C(I)=0.
  DO J=1,NDATA
    C(I)=C(I)+A(I,J)*B(J)
  END DO
END DO
RETURN
END

C*****
SUBROUTINE TRANSPOS(A,NDATA,AT)
C*****
REAL A(NDATA,NDATA),AT(NDATA,NDATA)
DO I=1,NDATA
  DO J=1,NDATA
    AT(I,J)=A(J,I)
  END DO
END DO
RETURN
END

C*****
SUBROUTINE POST
C*****
INCLUDE 'COMMON.FOR'
C * fichier résultat de la position de l'interface
OPEN(10,FILE='RESULTATS/POST'//CHAR(64)//CHAR(64+IATTACH+1)
1 //'.//TXT',STATUS='UNKNOWN')
WRITE(10,1000) ' X-COOR Y-COOR '
DO I=1,L1
  WRITE(10,2000) x(I),pos(I)
END DO
CLOSE(10)
C * fichier résultat de la température aux nœuds
OPEN(20,FILE='RESULTATS/RESULT'//CHAR(64)//CHAR(64+IATTACH+1)
1 //'.//TXT',STATUS='UNKNOWN')
WRITE(20,1000) ' X-COOR Y-COOR ',
1 ' T-COMP GAM '
DO I=1,L1
  DO J=1,M1
    WRITE(20,2000) X(I),Y(J),F(I,J,1),F(I,J,2)
  END DO
END DO
CLOSE(20)
1000 FORMAT(2A38)
2000 FORMAT(15(F19.5))
RETURN
END

```

C\*\*\*\*\* 'COMMON.FOR' \*\*\*\*\*

```

INCLUDE 'DIMENSION.FOR'
LOGICAL LSOLVE,LSTOP
COMMON F(nd,nd,nvd),CON(nd,nd),
1AIP(nd,nd),AIM(nd,nd),AJP(nd,nd),AJM(nd,nd),AP(nd,nd),
2X(nd),XU(nd),XDIF(nd),XCV(nd),
3Y(nd),YV(nd),YDIF(nd),YCV(nd),
4NF,L1,L2,L3,M1,M2,M3,IST,JST,ITER,LAST,
5RELAX(nvd),XL,YL,LSTOP,LSOLVE(nvd),PT(nd),QT(nd),
6RMN(nd),R(nd),YCVR(nd),ARX(nd),MODE

```

```

INTEGER  BT           ! nombre de volumes + 1 dans la cathode
INTEGER  erreur1      ! erreur sur l'interpolation
INTEGER  iattach      ! indice des fichiers de résultat
INTEGER  ndata        ! nombre de point de contrôle
INTEGER  ypos(nd)     ! positions volumes de contrôle gelée-bain "y"
REAL     bain         ! températures de l'interface
REAL     cat          ! longueur de la cathode
REAL     cond         ! condition d'arrêt du programme
REAL     front        ! température à la frontière
REAL     pos(nd)      ! positions interpolées de l'interface gelée-bain
REAL     s(3)         ! positions points de contrôle de l'interface "y"
REAL     thick        ! épaisseur du modèle
REAL     tprec1       ! température itération précédente
REAL     tprec2       ! température itération précédente
REAL     tprec3       ! température itération précédente
REAL     xs(3)        ! positions points de contrôle de l'interface "x"
REAL     Yexact(3)    ! températures mesurées

```

```

COMMON  BT,erreur1,iattach,ndata,ypos,bain,cat,cond,front,pos,s,
1      thick,tprec1,tprec2,tprec3,xs,Yexact

```

```

INTEGER  fonct        ! mode de fonctionnement du programme
REAL     alpha        ! coefficient de régularisation
REAL     arret        ! condition d'arrêt
REAL     delta        ! incertitude de mesure
REAL     e            ! perturbation de l'interface
REAL     erreur2      ! erreur sur les mesures
REAL     Ymea(3)      ! températures mesurées avec erreur

```

```

COMMON  fonct,alpha,arret,delta,e,erreur2,Ymea

```

C\*\*\*\*\* 'DIMENSION.FOR' \*\*\*\*\*

```

PARAMETER(nd=260,nvd=12)

```